THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DE PARIS VI

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR INGENIEUR

par

M. Pierre COPPOLANI

Ingénieur E.C.P

APPLICATION DE LA PHOTOTHERMOMETRIE A L'ETUDE DES PHENOMENES THERMIQUES NON STATIONNAIRES

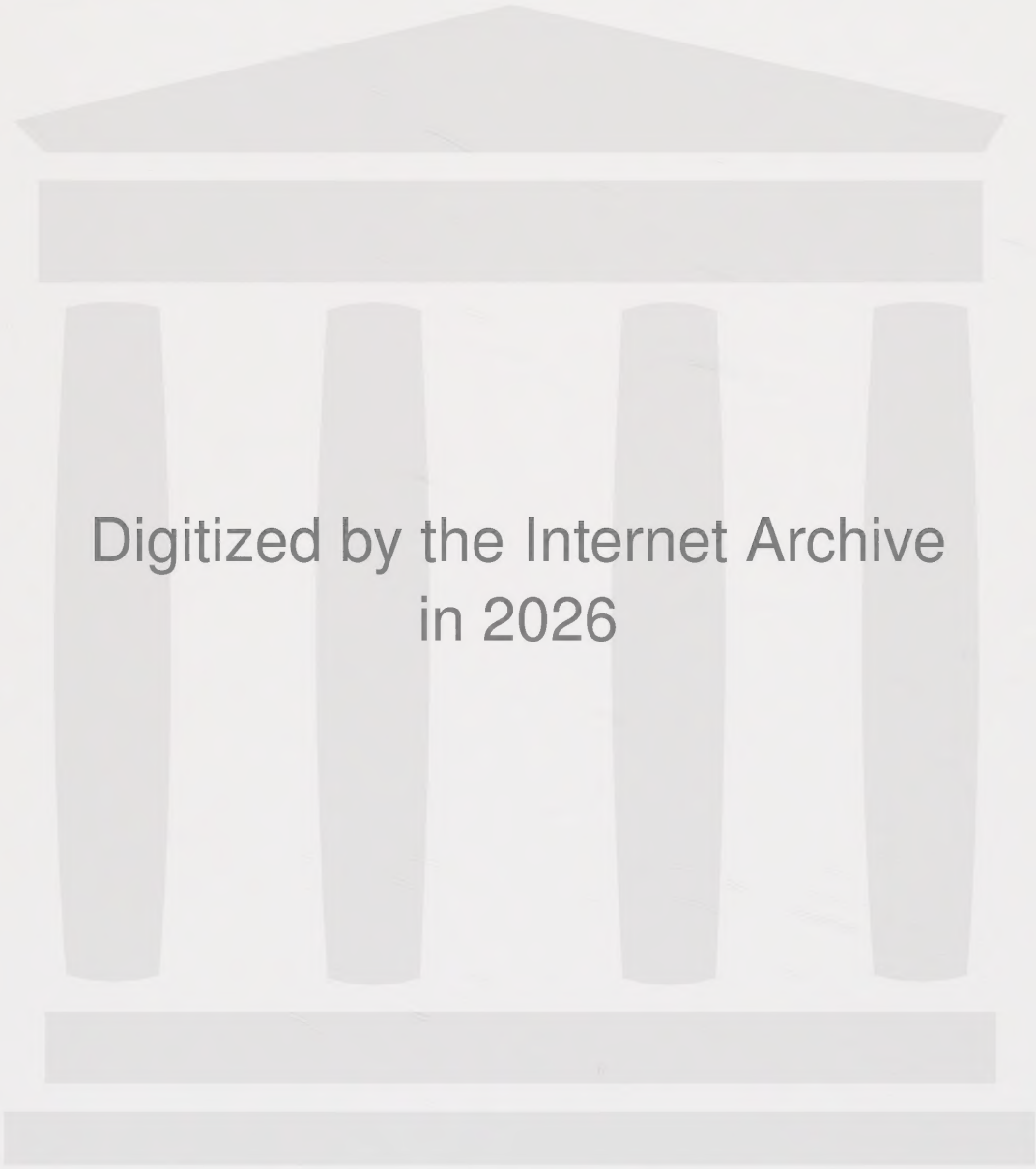
Soutenue le 12 janvier 1972 devant la commission d'Examen

MM. PONCIN — President

MATTLER — Examinateurs

LEROUX — Examinateurs

GELIN — Invite


Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550019_0022

THESE

prèsentée à

L'UNIVERSITE DE PARIS VI

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR INGENIEUR

par

M. Pierre COPPOLANI

Ingénieur E.C.P

APPLICATION DE LA PHOTOTHERMOMETRIE A L'ETUDE DES PHENOMENES THERMIQUES NON STATIONNAIRES

Soutenue le 12 janvier 1972 devant la commission d'Examen

MM.	PONCIN	President
	MATTLER	Examinateurs
	LEROUX	
	GELIN	Invite

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Ce travail a été effectué au Laboratoire d'Echanges Thermiques de la Faculté des Sciences de PARIS .

Je tiens à exprimer tous mes remerciements à Monsieur le Professeur PONCIN qui m'a accueilli dans son Laboratoire et qui par son enseignement m'a permis d'aborder l'étude des phénomènes thermiques instationnaires .

Je suis particulièrement reconnaissant à Monsieur le Professeur LEROUX dont les nombreux conseils et encouragements m'ont permis de mener à bien le travail qu'il m'avait proposé .

Je remercie Monsieur le Professeur MATTLER qui a accepté de faire partie du Jury et Monsieur GELIN , chef du service thermique au centre d' Etudes Nucléaires de Saclay qui a bien voulu suivre le déroulement de mes travaux .

Mes remerciements vont également à Monsieur STRUDEL ingénieur au Laboratoire de CORBEIL de l'Ecole des Mines de Paris qui a permis l'observation par microscopie électronique des cristaux phosphorescents et à tous mes camarades chercheurs et techniciens du Laboratoire d'Echanges Thermiques qui m'ont aidé à réaliser et à mettre au point les montages nécessaires à cette étude .

Enfin ce mémoire doit beaucoup à Madame GIRARDEY qui en a assuré la frappe , à Monsieur BEVIN qui a tracé les figures et à Monsieur ROUSSEAU qui a effectué avec diligence le tirage offsett .

SOMMAIRE

- INTRODUCTION -

PREMIERE PARTIE : PROBLEMES THERMIQUES

chapitre I -1. Conception d'un montage permettant de réaliser un choc thermique dans une éprouvette adaptée à l'emploi de la photothermométrie

I -1.1. Principe du montage
I -1.2. Conditions à remplir pour réaliser un choc thermique normalisé parfaitement reproductible

chapitre I -2. Description du dispositif de thermogénèse

I -2.1. Description et principe de fonctionnement
I -2.2. Emploi d'un fusible
I -2.3. Emploi d'un condensateur
I -2.4. Comparaison des deux dispositifs
I -2.5. Etude de la surtension supportée par l'enregistreur au cours de l'impulsion
I -2.6. Détermination des éléments du pont

chapitre I -3. Etude de l'influence de la résistance thermique interne de l'éprouvette sur la répartition des températures en surface

I -3.1. Construction d'un modèle et calcul des diagrammes de référence
I -3.2. Détermination expérimentale du nombre de Nusselt
I -3.3. Détermination directe de la diffusivité du ruban et de sa résistance électrique moyenne
I -3.4. Etude d'un modèle simplifié
I -3.5. Détermination numérique des thermogrammes d'étalonnage correspondant à un apport d'énergie sous forme impulsionnelle .

I -3.6. Techniques expérimentales
I -3.6.1. Etude du régime asymptotique
I -3.6.2. Etude du régime transitaire consécutif à un échelon de courant
I -3.6.3. Etude du régime transitaire consécutif à une impulsion de courant (choc thermique)

chapitre I -4. Etude de l'inertie thermique des couches minces luminescentes

I -4.1. Introduction
I -4.2. Réalisation d'un choc thermique dans le ruban support d'un revêtement
I -4.3. Etude théorique de l'évolution thermique du milieu composite constitué par le revêtement et son support
I -4.3.1. Utilisation d'un modèle dans lequel le rapport entre la chaleur volumique du revêtement et celle de son support est négligeable
I -4.3.2. Utilisation d'un modèle dans lequel les capacités calorifiques du revêtement et de son support sont du même ordre de grandeur
I -4.4. Résultats expérimentaux

DEUXIEME PARTIE : PROBLEMES OPTIQUES

chapitre II -0. Rappels relatifs à la luminescence des solides du type ZnS

II -0.1. Définitions générales
II -0.2. Mécanisme de la luminescence cristalline
II -0.3. Application à la mesure des températures de surface
II-0.3.1. Méthode de couleur
II-0.3.2. Méthode de phosphorescence

chapitre II -1. Etude expérimentale de la structure des couches minces luminescentes

II -1.1. Description du microscope électronique à balayage
II -1.2. Phénomènes physiques à la base du fonctionnement
II -1.3. Application : Etude de la granulométrie des poudres phosphorescentes

chapitre II-2. Détermination expérimentale des caractéristiques des sources d'excitation utilisées

II -2.1. Description des sources de rayonnement ultraviolet excitateur

II -2.2. Evaluation de l'éclairement d'un revêtement : Principe de la méthode

II -2.3. Evaluation du facteur d'absorption de l'élément thermosensible

II -2.4. Evaluation de l'éclairement correspondant à U = 1

II -2.5. Echauffement maximal d'un ruban qui absorbe totalement le rayonnement correspondant à U = 1

chapitre II-3. Etude du temps de réponse optique des revêtement monogranulaires des sulfures luminescents soumis à un choc thermique

II -3.1. Description de l'appareillage

II -3.2. Difficultés rencontrées lors des premières expériences

II -3.2.1. Vibrations

II -3.2.2. Reproductibilité des enregistrements

II -3.2.3. Rapport du signal ou bruit

II -3.2.4. Non uniformité du flux UV excitateur

II -3.3. Temps de relaxation optiques obtenus pour des revêtements monogranulaires

II -3.3.1. Paramètres actifs

II -3.3.2. Résultats

II -3.3.3. Dispersion des résultats

II -3.4. Analyse des résultats

II -3.4.1. Influence de la nature du produit luminescent

II -3.4.2. Influence de l'intensité de l'éclairement moyen UV

II -3.4.2.1. Utilisation de la lampe à rayonnement continu

II -3.4.2.2. Utilisation de la lampe à rayonnement modulé sinusoïdalement à la fréquence 100 Hz.

II -3.4.3.Influence de la température atteinte à la fin du choc thermique
II -3.4.4.Influence de l'amplitude du choc thermique
II -3.4.5.Influence du filtre
II -3.4.6.Influence de la taille des cristaux
II -3.4.7.Résultats relatifs aux revêtements multicouches
II -3.5.Application aux méthodes de couleur et de phosphorescence
II -3.6.Premières conclusions relatives aux méthodes de couleur et de phosphorescence

TROISIEME PARTIE : PROBLEMES METROLOGIQUES

chapitre III -1.Détermination des caractéristiques thermophysiques des matériaux constituant les capteurs photométriques

III -1.0. Introduction : Méthodes et modéle adoptés
III -1.1. Méthode du flux continu imposé
III -1.1.1. Modéle théorique et diagrammes de référence
III -1.1.2. Dispositif expérimental
III -1.1.3. Enregistrement et dépouillement des thermogrammes
III -1.1.3.1. Détermination de l'instant d'origine
III -1.1.3.2. Dépouillement des thermogrammes
III -1.1.4. Résultats expérimentaux
III -1.1.5. Conclusions
III -1.2. Méthode du flux périodique imposé
III -1.2.1. Modéle théorique et diagrammes de référence
III -1.2.2. Dispositif expérimental
III -1.2.3. Enregistrement et dépouillement des thermogrammes
III -1.2.3.1. Détermination du déphasage par l'analyse harmonique
III -1.2.4. Résultats numériques
III -1.2.5. Conclusions
III -1.3. Mesure de la diffusivité d'une résine silicone liquide
III -1.3.1. Introduction
III -1.3.2. Equation du diagramme de référence

III -1.3.3. Dispositif expérimental
III -1.3.4. Enregistrement et dépouillement des thermogrammes
III -1 3.5. Résultats numériques

chapitre III -2 Mesure des températures variables au moyen de revêtements luminescents-Etude de la quantité de lumière libérée pendant un choc thermique .

III -2.2.Etude du photothermométre en tant que systéme de commande en chaine ouverte
III -2.2.1. Analyse du systéme : "T ⟶ T"
III -2.2.2. Analyse du systéme : "T ⟶ L"
III -2.2.3. Définition du domaine d'utilisation
III -2.3.Détermination de la vitesse de chauffe critique V_c
III -2.4.Etude de la quantité de lumière libérée pendant un choc thermique
III -2.4.1. Définition et paramètres actifs
III -2.4.2. Résultats relatifs aux revêtements monocouches
III -2.4.3. Résultats relatifs aux revêtements multicouches
III -2.5.Application à la méthode de couleur
III -2.6.Application à la méthode de phosphorescence

chapitre III -3 Réalisation d un montage permettant l'enregistrement automatique d'une évolution de température par la méthode de couleur

III -3.1.Choix de la méthode
III -3.2. Description du montage
III -3.3.Utilisation du montage pour la réalisation d'un étalonnage
III -3.4.Conclusion

- CONCLUSION -

INTRODUCTION

On sait que la connaissance des températures de surface est une question fondamentale pour la résolution d'un grand nombre de problèmes intéressant des domaines trés variés de l'activité scientifique ou technique.

C'est pourquoi de nombreuses études ont été effectuées pour définir -au point de vue de la métrologie- les possibilités offertes par différents phénomènes physiques dont l'évolution est fonction de la température.

C'est ainsi [1] [2] que l'on a été conduit à envisager les phénomènes de luminescence présentés par les poudres cristallines du type (Zn S) soumises à une excitation ultraviolette modulée en intensité à diverses fréquences.

La complexité des problèmes à résoudre a conduit les chercheurs, qui se sont intéressés à cette question à considérer d'abord des champs thermiques uniformes et stationnaires, puis des champs non uniformes mais stationnaires en étendant progressivement le domaine d'application des études fondamentales vers les hautes températures (jusqu'au niveau thermique où l'étude des émissions qui constituent le rayonnement thermique direct permet de résoudre le problème) puis vers les basses et trés basses températures [3].

Un appareil, d'un usage pratique pour ceux qui ne sont -en ce domaine- que des utilisateurs a été mis au point dans les Laboratoires de Recherches sur les échanges thermiques de Poitiers et de Paris et a été diffusé sous la dénomination de photothermomètre par les soins du Centre National de la Recherche Scientifique [4].

Il restait à compléter ces études en précisant les possibilités qu'offre le photothermomètre lorsque l'on doit analyser l'évolution thermique plus ou moins rapide d'un élément matériel immobile ou lorsque l'on désire déterminer la température d'un élément mobile.

C'est au premier de ces deux problèmes que le présent travail apporte une contribution.

Comme les substances solides ne présentent pas toutes les manifestations qui sont à la base de la méthode en question, il est nécessaire d'associer une substance luminescente à celles qui ne les présentent pas.

Celle-ci jouera ainsi le rôle de l'élément que, dans la description d'une chaîne de mesure, on désigne sous le nom de capteur.

Ce "capteur" se présentera pratiquement comme une couche mince (d'épaisseur maximale 6/100 mm) constituée par des cristaux calibrés de produit luminescent, agglomérés à l'aide d'une résine que l'on applique en des points convenablement choisis sur la surface du solide à étudier, de manière à réaliser un contact intime entre ce solide et le capteur.

L'énergie d'excitation est fournie par une lampe à vapeur de mercure alimentée par le secteur alternatif 50 Hz.

Après filtrage par un verre de Wood, la lumière émise par cette lampe est presque exclusivement constituée d'un rayonnement situé dans le proche ultraviolet qu'une lentille convergente permet de concentrer sur le capteur.

Cette excitation provoque une émission qui peut-être utilisée à des fins métrologiques.

Aprés un certain nombre de transformations et d'amplifications dans les éléments de la chaîne de mesure, on obtient, en effet, un signal de sortie dont l'analyse permet de caractériser la température de la surface émettrice du capteur. Il convient, bien entendu, d'étudier la différence qui peut - à priori - exister entre cette température et la température cherchée qui est celle de la surface du corps solide en l'absence de tout autre élément et - en particulier - de préciser les conditions dans lesquelles on peut, pratiquement, considérer que ces deux températures ont la même valeur. Les études précédemment effectuées (3) avaient permis de mettre en évidence tous les paramètres qu'il faut prendre en considération dans une telle étude, à savoir : la nature du capteur, son épaisseur, l'intensité de l'excitation et la température de l'élément support.

En comparant les résultats obtenus sur une éprouvette convenablement

équipée à cet effet, on a constaté que lorsque le champ thermique à l'intérieur de l'éprouvette subissait une évolution rapide il existait un décalage entre les signaux provoqués par les rayonnements issus des capteurs photothermométriques et les signaux provoqués par les f.e.m d'origine thermoélectrique.

Nous nous sommes donc proposés d'établir de façon précise les lois auxquelles obéissent les phénomènes qui ont une influence sur ce que l'on peut appeler la "réponse du capteur" et qui définissent son aptitude plus ou moins grande à "suivre" une évolution thermique.

Lorsque l'on veut étudier un problème de ce type, il est nécessaire de considérer d'abord des évolutions que l'on peut caractériser de façon très nette le plus simplement possible. Il existe à ce sujet un certain nombre d'évolutions dont l'emploi est en quelque sorte normalisé, en particulier dans l'étude des systèmes linéaires . Ce sont : les évolutions en échelon
les évolutions en créneau et
les évolutions périodiques élémentaires,
chacune d'elles présente des avantages particuliers.

Comme l'analyse mathématique permet de représenter explicitement une fonction continue quelconque à l'aide de ces fonctions normalisées, les résultats ainsi obtenus fourniront des indications précises sur le comportement d'un capteur lorsqu'on l'associe à un élément subissant une évolution thermique quelconque .

Dans ce travail, nous avons considéré la fonction échelon, qui correspond comme on sait à la fonction unité d'Heaviside.

Cette évolution de référence (fig.1) est définie par deux paramètres qui peuvent être -suivant les cas- le niveau initial $T°$ et le niveau final T^{∞} ou bien l'amplitude $T^{\infty} - T° = A$ et le niveau moyen $\frac{(T° + T^{\infty})}{2} = T^{(m)}$

Lorsque la température locale d'une éprouvette subit une telle évolution, le rayonnement émis par le capteur, stable jusqu'à l'instant to , évolue à partir de cet instant pour se stabiliser à nouveau, au bout d'un temps plus ou moins grand. Le signal de sortie correspondant est alors situé à un niveau s^{∞}

Nous désignerons sous le nom de "temps de réponse du capteur" l'intervalle de temps τ_R nécessaire pour que l'émission atteigne un niveau qui diffère de moins de 1% du niveau (théoriquement asymptotique) ainsi défini.

Les problèmes que nous avons du résoudre successivement pour obtenir des renseignements exploitables ont été -au cours de la rédaction définitive du mémoire- classés sous trois rubriques :

1. Problèmes thermiques -

2. Problèmes optiques -

3. Problèmes métrologiques -

1°) LES PROBLEMES THERMIQUES comprennent :

1.1. la mise au point d'un montage permettant de réaliser dans un ruban métallique des chocs thermiques parfaitement reproductibles dont les thermogrammes s'écartent trés peu du thermogramme de référence (le temps de la montée en température étant inférieur à 0,5 ms.)

1.2. la détermination de la répartition des températures à l'intérieur du ruban et en particulier l'étude de l'influence de sa longueur et la détermination effective d'une longueur L_c dite "critique" au dessus de laquelle le flux calorifique à travers les sections terminales ne dépend pratiquement plus de L et n'exerce aucune influence sur la température locale dans la section médiane

1.3. l'étude de l'évolution thermique du milieu composite constitué par le ruban précédemment considéré et une couche superficielle mince d'un produit phosphorescent et la recherche des conditions qu'il faut réaliser pour obtenir un choc thermique reproductible dans un tel ensemble.

On a pu réaliser des dépôts uniformes sur toute la surface du ruban , dont l'épaisseur était inférieure à 5.10^{-2} mm. et qui permettent d'obtenir en moins d'une milliseconde un champ thermique uniforme.

On a enfin, envisagé l'influence éventuelle d'une résistance thermique à l'interface support-revêtement.

2°) LES PROBLEMES OPTIQUES comprennent :

2.1. L'étude de la granulométrie des cristaux luminescents à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

2.2. La détermination expérimentale des caractéristiques des sources d'excitation utilisées (répartition spectrale, spatiale et intensité énergétique du rayonnement U.V. émis)

2.3. L'étude de la "réponse luminescente" d'un revêtement subissant un choc thermique, le recensement des divers paramétres susceptibles d'exercer une influence sur cette réponse (nature des cristaux, niveau moyen et amplitude du choc thermique, longueur d'onde d'émission λ éclairement superficiel U.V. : $\mathcal{U}$ taille des cristaux, épaisseur du revêtement) et l'étude de cette influence.

La réponse optique du revêtement a alors été caractérisée par un temps de relaxation τ_R qui représente la durée de la perturbation lumineuse consécutive à la production de l'échelon et par une fonction $K(\lambda, T, \mathcal{U})$ qui, à partir de l'amplitude A du choc thermique et de la luminescence du revêtement à l'état d'équilibre permet de calculer la quantité de lumière $Q(\lambda, T, \mathcal{U})$ libérée pendant la durée τ_R de la perturbation.

On a, à ce sujet obtenu les résultats suivants :

2.3.1. τ_R dépend de la température . Pour tous les produits étudiés : Zn S Cd S (Mn Au) - Zn S Cd S (Cu) - Zn S (Cu) - Zn S (Ag) Il décroit dans l'intervalle 100° - 400°C. pour atteindre une valeur inférieure à une milliseconde.

2.3.2. τ_R varie de manière sensible en sens inverse de l'éclairement U.V.

2.3.3. Pour les revêtements monogranulaires τ_R augmente avec la taille des cristaux.

Pour les revêtements à plusieurs couches, il augmente avec l'épaisseur du revêtement. Ce fait étant une conséquence de la propriété précédente et du pouvoir absorbant important du cristal vis à vis des rayonnements excitateurs ou réémis.

2.3.4. τ_R dépend de la longueur d'onde d'émission. Dans le domaine de température étudié, son minimum correspond aux longueurs d'onde d'émission les plus courtes.

2.3.5. Lorsque l'amplitude du choc thermique ne dépasse pas 20°K τ_R peut-être considéré comme indépendant de cette amplitude.

2.3.6. Dans l'intervalle de températures envisagé, la quantité de lumière libérée $Q(\lambda, T, \mathcal{U})$ est proportionnelle à A, et pour des températures supérieures au niveau d'extinction, diminue avec l'éclairement et avec la température finale du choc thermique.

3) LES PROBLEMES METROLOGIQUES conce

3.1. La détermination expérimentale des caractéristiques thermophysiques des matériaux constituant les capteurs photothermométriques a fourni les données numériques nécessaires à l'application des méthodes de calcul exposées dans la première partie.

3.2. La réalisation d'un dispositif de capture et d'une chaîne de mesures permettant une application automatique de la photothermométrie à la détermination des températures de surface rapidement variables.

On a obtenu à ce sujet, à partir des résultats relatifs au choc thermique une vitesse de chauffe critique, qui définit les limites de l'emploi du photothermomètre dans sa conception actuelle.

Cette vitesse de chauffe dépend évidemment de la précision exigée par l'utilisateur qui doit appliquer les résultats obtenus à des fins déterminées.

Si -par exemple- on accepte a priori une imprécision de l'ordre de 1°K la vitesse de chauffe critique est de 15°K $(S)^{-1}$ lorsque la technique utilisée est celle de la méthode de couleur avec un capteur à base de Zn S Cd S (Mn Au) et de 2° K $(S)^{-1}$ lorsque la technique utilisée est celle de la méthode de phosphorescence avec un capteur à base de Zn S Cd S (Cu) de 60 μ d'épaisseur.
Zn S (Cu)

On a enfin réalisé un montage qui permet d'enregistrer le signal de luminescence et par suite, d'étudier par la méthode de couleur une évolution rapide de température.

-:-

Cette étude systématique montre donc quelles sont les possibilités offertes par la photothermométrie pour la mesure de températures variables.

Dans l'état actuel de la technique, on peut déjà considérer des évolutions relativement rapides.

On pourrait étendre ces possibilités en utilisant des sources d'excitation U.V. plus intenses et des revêtements monogranulaires.

La réalisation de tels revêtements étant délicate, il reste à trouver un moyen permettant de supprimer cette réalisation "in situ" et de la remplacer par un procédé de transfert d'un usage pratique pour un technicien non spécialisé dans ce genre d'opération.

- I - PROBLEMES THERMIQUES -

- 9 -

I - 1. CONCEPTION D'UN MONTAGE PERMETTANT DE REALISER UN CHOC THERMIQUE DANS UNE EPROUVETTE ADAPTEE A L'EMPLOI DE LA PHOTOTHERMOMETRIE

I -1.1 - PRINCIPE DU MONTAGE :

Pour effectuer le programme d'étude que nous venons de définir il nous faut disposer d'une éprouvette possédant certaines propriétés mécaniques (rigidité par exemple) et thermiques, dont les optimums respectifs correspondent souvent à des conditions contradictoires. Il convient donc de définir-aprés quelques tâtonnements- les compromis qui conduisent finalement au meilleur résultat global.

Le dispositif à réaliser devait comporter :

1°) une éprouvette d'étude susceptible de servir de support aux revêtements "capteurs" et de jouer le rôle d'étalon thermique

2°) un appareillage annexe, robuste et de conception aussi simple que possible permettant d'obtenir en un point convenablement choisi sur la surface de cette éprouvette un thermogramme chronologique, se rapprochant le plus possible du diagramme de référence, que, pour simplifier le langage nous désignerons par la suite sous le nom de diagramme d'Heaviside.

3°) d'une chaîne de mesure de photothermométrie.

L'emploi de cette chaîne de mesure exige que le capteur posséde une surface optiquement libre, c'est à dire en contact avec un milieu transparent (gaz ou vide)

Aprés quelques essais, nous avons finalement décidé d'utiliser comme éprouvette d'étude un ruban métallique fixé à ses deux extrémités et placé à l'intérieur d'une enceinte comportant une fenêtre transparente.

Pour la programmation en température, nous avons utilisé un apport d'énergie par effet Joule, ce qui nous a conduits à une mise en oeuvre extrêmement simple.

En plaçant cette éprouvette dans une des branches d'un pont de Wheastone nous pourrons à partir du déséquilibre du pont, déterminer une température moyenne, qui sera reliée à la température locale dans la section médiane, où l'on déposera ultérieurement le revêtement luminescent.

Cette technique a le grand avantage d'utiliser l'éprouvette elle-même comme élément thermométrique, ce qui élimine les questions que l'on aurait à se poser, au sujet du retard apporté par un dispositif auxiliaire tel qu' un thermocouple.

Le procédé de chauffage a été choisi en tenant compte du fait qu'il permet de connaître facilement et de façon trés précise, l'énergie correspondante et du fait que le rayonnement infrarouge, auquel on aurait pu songer exerce une influence sur la luminescence de certains des produits utilisés dans la deuxième partie de l'étude.

I-1.2 - CONDITIONS A REMPLIR POUR REALISER UN CHOC THERMIQUE NORMALISE PARFAITEMENT REPRODUCTIBLE :

L'usage que nous ferons de l'éprouvette dans la deuxième partie de l' étude, exige qu'elle ait une résistance mécanique suffisante pour supporter sans déformation les capteurs photothermométriques qui y seront placés.

Pour obtenir le régime thermique stationnaire qui correspond au niveau supérieur de l'échelon, il nous faudra évacuer le flux calorifique absorbé par un effet convectif et radiatif à travers la surface libre et non par les effets de conduction que l'on utilise par exemple dans les fluxmétres à température superficielle [5]à[9].

Il convient donc d'utiliser des supports dont l'inertie thermique est trés faible.

Pour définir numériquement quelles doivent être les caractéristiques des différents éléments du dispositif nous adopterons le modèle correspondant aux hypothéses suivantes :

H1. - Résistances thermiques internes de l'éprouvette et du revêtement négligeables et résistance à l'interface également négligeable

H2. - Résistance électrique fonction linéaire de la température

H3. - Effets thermoconvectifs satisfaisant à la loi linéaire de Newton.

et nous utiliserons les notations suivantes :

Volumes : ruban V revêtement V'

Masses volumiques : " ρ " ρ'

Capacités calorifiques massiques : c " c'

Surface latérale : S " négligeable

Coefficient de température pour la résistance électrique : α

Coefficient thermoconvectif de Newton : h

Température du revêtement et du support : T_r^t

Température de référence caractérisant le milieu ambiant : T_a

Puissance correspondant à l'apport d'énergie par effet Joule : Q(t)

Dans ces conditions, le bilan énergétique s'exprime sous la forme :

$$(1) \quad Q\,dt = (\rho c V + \rho' c' V')\, d T_r + hS\,(T_r - T_a)\,dt$$

Si on utilise un courant d'intensité $\dot{I}$

$$(2) \quad Q = r_o\,(1 + \alpha T)\,\dot{I}^2$$

En posant :

$$(3) \quad \frac{\rho c V + \rho' c' V'}{hS - \alpha r_o \dot{I}^2} = \tau$$

on met la relation (1) sous la forme :

$$(4) \quad \tau\,\frac{d(T_r^t - T_a)}{dt} + (T_r^t - T_a) = \frac{r_o \dot{I}^2 (1 + \alpha T_a)}{hS - \alpha r_o \dot{I}^2}$$

Si l'état initial correspond à $T_r^o = T_a$ l'évolution thermique sera donc définie par :

$$(5) \quad T_r^t - T_a = A\left[1 - \exp.(-t/\tau)\right]$$

ou : $$A = T_r^\infty - T_a = \frac{r_o \dot{I}^2 (1 + \alpha T_a)}{hS - \alpha r_o \dot{I}^2} \qquad (6)$$

Nous conviendrons d'appeler durée du choc thermique t_c l'intervalle de temps qui s'écoule entre le début du choc et l'instant où la température du ruban diffère de 1% de la valeur T_r^∞ correspondant à l'état équilibre. Comme $t_c = 4{,}6\,\tau$,

Le thermogramme se rapproche d'autant plus du diagramme d'Heaviside que τ a une valeur plus faible (Fig. a)

D'aprés (3) il faudra donc chercher à diminuer le plus possible la valeur de $\rho c + \rho' c' V'/V$

et à augmenter h et S/V

La capacité calorifique volumique des métaux usuels est définie par le tableau suivant, extrait du Recueil des Constantes de la Collection :"Techniques de l'Ingénieur"

	Al	Cu	Ag	Fe	Au	Pt	Ti	Ta	Zn	W	Ni	Rh	Inox 18/8
ρ (Kg/m^3)	2700	8940	10500	7860	19250	21460	4500	16600	7140	19300	8900	12400	7800
c (J/Kg)	903	384	234	460	130	134	526	150	382	132	440	246	460
ρc (J/m^3)	2440	3440	2460	3620	2500	2840	2360	2490	2730	2520	3920	3050	3600
$1/\sigma \times 10^8$ (Ω.m)	2655	1673	1,59	9,71	2,19	9,83	80	12,4	5,92	5,5	6,84	4,51	4,5

Les caractéristiques thermophysiques du revêtement nous étant pratiquement imposées nous ne pouvons jouer que sur son volume $V' = e' \times l' \times L'$

Il devra donc être déposé sous forme d'une couche aussi mince que possible (pour une couche monogranulaire e' sera de l'ordre de 10 μ) et sur une surface a priori aussi faible que possible, mais qui, en fait sera égale à celle de son support car nous verrons qu'il faut donner à l'ensemble revêtement - support une capacité calorifique par unité de longueur uniforme tout le long de l'éprouvette pour pouvoir effectivement réaliser un choc thermique dans le revêtement.

Pour définir le coefficient d'échange h nous avons d'abord effectué une série d'essais, en utilisant uniquement les effets de la convection naturelle. Pour un ruban d'aluminium de 3 cm. de long. nous n'avons pu atteindre que des valeurs de l'ordre de 30 W $(m)^{-2}$ $(K)^{-1}$ ce qui conduisait à des impulsions thermiques d'une durée de 1,70 sec. c'est à dire beaucoup trop longues.

Une deuxième série d'essais a été effectuée en plaçant le ruban d'aluminium dans une petite turbine du côté aspiration afin d'éviter les effets de turbulence.

Lorsque le plan du ruban est parallèle à la direction du courant d'air le ruban entre en vibration et finit par se rompre. En revanche, on obtient de bons résultats en plaçant le ruban perpendiculairement au courant. Les coefficients d'échange sont alors de l'ordre de 200 W $(m)^{-2}$ $(K)^{-1}$ et les durées de l'impulsion thermique de l'ordre de 0,24 sec.

Il n'a pas été possible de descendre au-dessous de cette valeur pour les raisons suivantes :

1°) la résistance mécanique du ruban était insuffisante et le gain obtenu en augmentant son épaisseur était en partie détruit par l'effet de l'augmentation corrélative de son volume.

2°) La puissance nécessaire pour obtenir à partir de la température ambiante un échelon d'amplitude donnée, est sensiblement proportionnelle au coefficient d'échange. On était ainsi conduit à des intensités supérieures à 5 A, qu'il nous était difficile de stabiliser avec les dispositifs simples que nous voulions réaliser.

3°) Enfin et surtout, au delà d'un certain seuil, le refroidissement du ruban ne s'effectuait pas de façon uniforme. Le régime d'écoulement du fluide évacuateur de flux était turbulent et le ruban se comportait comme le fil chaud d'un anémomètre. Les fluctuations de vitesse entrainaient des fluctuations de la température qui atteignaient 10 %.

En tenant compte de toutes les constatations faites au cours de ces essais préliminaires, nous avons finalement décidé d'effectuer les expériences définitives en utilisant des rubans d'aluminium, bien que ses caractéristiques physiques ne soient pas les meilleures ni au point de vue de la tenue mécanique, ni au point de vue électrique.

Il est en effet très facile de se procurer des feuilles de format 21X27 cm de 6 µ, 9 µ, 12 µ .... d'épaisseur dans lesquelles on peut découper les rubans de la longueur désirée.

* Ces feuilles nous ont été gracieusement fournies par la Sté SCAL C.I COQUILLARD

Ayant constaté que les thermogrammes ainsi obtenus étaient trop différents du diagramme d'Heaviside , nous avons envisagé un autre procédé de thermogénèse .

Si nous désignons par T_θ^t l'écart $[\, T_r^t - T_a \,]$, l'équation thermique est de la forme

$$(7) \qquad \tau \frac{dT_\theta}{dt} + T_\theta = f(t)$$

La transformation de Laplace $\bar{T}_p = \int_o^\infty T_\theta^u \exp(-\ ,\ u)\ du$

conduit à $T_\theta^t \ ] \ \bar{T}_p$

$$\frac{dT_\theta}{dt} \ ] \ p\, T_\ - T_\theta^o$$

Si l'on suppose qu'au début de l'impulsion la température du rubar est égale à celle de l'atmosphère ambiante ($T_\theta^o = o$)

$\bar{T}_p$ est donc défini par

$$(8) \qquad \bar{T}_p = \frac{\bar{f}(p)}{p\tau + 1}$$

La fonction associée à un échelon d'amplitude A étant A p la fonction $\bar{f}(p$ doit avoir pour expression

$$(9) \qquad \bar{f}(p) = A\ (\tau + 1/p)$$

L'original f(t) est alors défini par :

$$(10) \qquad f(t) = A\ (\tau\ .\ \delta(t) + 1)$$

ou la notation $\delta(t)$ désigne la fonction "impulsion unité" définie par les conditions

$$\begin{cases} \delta(t) = o \quad \text{pour} \quad t \neq o \\ \delta(t) = \infty \quad \text{pour} \quad t = o \\ \int_{-\infty}^{+\infty} \delta(t)\, dt = 1 \end{cases}$$

Le dispositif de thermogénèse doit donc fournir une énergie sous la forme d'une impulsion aussi intense et aussi bréve que possible suivie d'un effet stationnaire .

On peut envisager deux moyens pour obtenir ce résultat de façon simple : ou bien utiliser la décharge puis la charge d'un condensateur dans le ruban ou bien placer le ruban dans un circuit trés peu résistant contenant un fusible et mettre en court circuit par l'intermédiaire de ce circuit une source de tension constituée par une batterie d'accumulateurs .

Un circuit annexe permet le passage d'un courant stationnaire aprés la disparition du fusible ou la charge du condensateur

Ces deux procédés ont été mis en oeuvre dans un montage simple et robuste et le premier, en particulier, a été utilisé dans la plupart des expériences.

I - 2. DESCRIPTION DU DISPOSITIF DE THERMOGENESE

-2.1. Description et principe de fonctionnement

Le dispositif de thermogenèse schématiquement représenté sur la figure comprend :

- une batterie d'accumulateurs (1) permettant d'obtenir un voltage compris entre 0 et 36 V (par échelon de 2 V)
- un pont de Wheastone (2) dont les résistances de tête R_1 et R_4 sont égales, le rapport entre ces résistances et la résistance du ruban étant compris entre 50 et 90
- un ruban d'aluminium (3) dont les dimensions sont déterminées par les considérations précédentes, placé dans la branche R_3 du pont
- un fusible (4) dont la résistance est de l'ordre de 0.2 ohm
- un interrupteur simple (5)
- un relais bipolaire à mercure (6)
- un circuit auxiliaire (7) comprenant un rhéostat (Rh)
- des appareils de mesure d'intensité (8) et de différence de potentiel (9)

Une variante du dispositif consiste à remplacer le fusible (4) par un condensateur.

On commence par équilibrer le pont à la température ambiante en agissant sur (R_2). Le schéma (b) représente la partie active du dispositif. Sous effet Joule du courant d'intensité I_o qui circule dans le pont, le ruban est rté à une température T_o que l'on peut déterminer à partir de la valeur de la nsion de déséquilibre entre les bornes A et B qui résulte de sa variation de sistance.

On ferme alors le relais bipolaire (6). Le rhéostat d'alimentation du nt est alors court-circuité et la partie active du circuit est celle qui est présentée sur le schéma (c). L'intensité du courant augmente brusquement jusqu'à niveau T_1 et celle du fusible s'élève jusqu'à sa température de fusion. circuit est alors interrompu en (4) et est remplacé par le circuit représenté r le schéma (d).

L'intensité du courant qui circule dans (3) est alors égale à $\dot{I}_2$ et par effet Joule, combiné aux effets thermoconvectifs la température se fixe finalement au niveau $T_r^{\infty} = T_r(\dot{I}_2)$

On a représenté sur le schéma e) les deux thermogrammes à croissance exponentielle (cf. chap. I.1) qui correspondent respectivement aux niveaux asymptotiques $T_r(\dot{I}_1)$ et $T_r(\dot{I}_2)$

Suivant la valeur de la résistance du fusible la température $T_r^{t_f}$ atteinte par le ruban au moment où le circuit (c) est interrompu est inférieure supérieure ou égale à $T_r(\dot{I}_2)$ (schémas f-g-h)

On voit que le fonctionnement optimum correspond au cas où $T_r^{t_f} = T_r^{\infty}$ (schémas ieth

Cette condition d'asservissement est réalisé par un choix convenable de la résistance du fusible. Il est commode d'utiliser à cet effet une lamelle de dimensions convenables découpée, comme le ruban, dans une feuille d'aluminium.

Dans la 2ième variante où le fusible est remplacé par un condensateur. L'expérience comporte des phases analogues, l'intervalle de temps $t_{(f)} - t_o$ correspond à la durée de décharge du condensateur, la condition d'asservissement étant réalisée par un choix convenable de la tension de charge.

Les informations nécessaires sont obtenues par enregistrement du signal de déséquilibre (A - B) du pont, à l'aide d'un appareil de prise de vue POLAROID (OSCILLOPHOT M2 STEIN HEIL) associé à un oscilloscope TECKTRONIX (type 547).

I - 2. 2 Emploi d'un fusible :

Pour déterminer l'ordre de grandeur des caractéristiques du dispositif qu'il nous faut réaliser sur ces bases, nous admettrons que pendant l'intervalle de temps $t_{(f)} - t_o = t_c$ l'évolution de ses différents éléments est adiabatique.

Cette hypothèse est justifiée par le fait que cet intervalle de temps est de l'ordre de la milliseconde et que le coefficient d'échange avec le milieu extérieur est faible .

Comme il s'agit d'un avant-projet, nous simplifierons le problème en négligeant les variations de la résistance électrique , sous l'effet de l'augmentation de température.

Nous adopterons les notations suivantes :

- Tension aux bornes de (1) : E
- Conductivité électrique de l'aluminium : σ
- Température de fusion de l'aluminium : $T_{(f)}$
- Masse volumique : ρ
- Capacité calorifique massique : c
- Caractéristiques géométriques du ruban : $e\ L_R\ l_R$
- Caractéristiques géomètriques du fusible : $e\ L_F\ l_F$
- Début de l'impulsion (fermeture de 5) : t_o
- Fusion de (4) : t_f
- Intervalle de temps $= t_o - t_f =$ tc = durée de l'impulsion
- Montée en température du ruban : $T_R^{t_f} - T_R = \Delta T_R$
- " " " du fusible : $T_f - T_a = \Delta T_F$

En vertu des hypothéses adoptées, on pourra écrire :

$$(1)\quad \rho c e\, L_R\, l_R\, \Delta T_R = \frac{L_R}{\sigma e\, l_R}\, \dot{I}_1^2 \times tc$$

$$(2)\quad \rho c e\, L_F\, l_F\, \Delta T_F = \frac{L_F}{\sigma e\, l_F}\, \dot{I}_1^2 \times tc$$

d'où l'on déduit :

$$(3)\quad \frac{\Delta T_R}{\Delta T_F} = \left(\frac{l_F}{l_R}\right)^2$$

Comme la résistance des branches du pont est grande relativement aux résistances du ruban et du fusible, l'intensité $\dot{I}_1$ est sensiblement égale à $\frac{E}{r_R + r_F}$

On obtient donc d'après (1)

$$(4) \qquad t_c = \left[\frac{\rho c}{\sigma}\right]_{Al} \frac{1}{E^2} (l_R)^2 \left[\frac{L_R}{l_R} + \frac{L_F}{l_F}\right]^2 \Delta T_R$$

On obtient la valeur convenable de la largeur du fusible en opérant par approximations successives de manière à obtenir finalement, pour ΔT_R la valeur fixée a priori.

En allongeant ou en raccourcissant le fusible on augmente ou on diminue la durée de l'impulsion.

I -2.3. EMPLOI D'UN CONDENSATEUR :

Supposons maintenant que l'élément (4) soit constitué par un condensateur au papier de capacité C (250 μF) préalablement chargé . Lorsque l'on ferme le relais (6) ce condensateur se décharge puis se charge à nouveau à la tension de la batterie d'alimentation.

La durée de l'impulsion peut-être assimilée à la durée de cette opération.

Pratiquement, on peut la considérer comme égale à l'intervalle de temps nécessaire pour que la charge du condensateur diffère de 1% de la charge théorique. Si on assimile le circuit de décharge à un circuit résistif dont la résistance maximale est 0,2 Ω on obtient :

$$t_c = 2 \times 2{,}3 \times 0{,}2 \times 250 \times 10^{-6} = 2{,}3\ 10^{-4} \text{ S}$$

Si toute l'énergie mise en jeu est absorbée par le ruban (R) on peut écrire (en désignant par U_o la tension de charge et par t_1 l'instant $t_o + t_c$

$$\frac{1}{2} C (U_o + E)^2 = \rho c V (T_R^{t_1} - T_a) = \rho c V t_c$$

On détermine par approximations successives la tension de charge qui correspond à $T_R^{t_1} = T_R^{\infty}$

On modifie la durée t_c de l'impulsion en faisant varier la capacité du condensateur et en le chargeant sous une tension plus ou moins forte de façon à libérer la même quantité d'énergie .

I - 2.4. COMPARAISON DES DEUX DISPOSITIFS :

Si l'on compare le dispositif "fusible" et le dispositif "condensateur" on constate qu'il est plus facile et par conséquent plus rapide, de réaliser la condition d'asservissement $T_R^{(1)} = T_R^{\infty}$ avec le 2ième dispositif .

On peut en effet, agir de façon continue sur la tension de charge du condensateur à l'aide d'un potentiomètre, alors que pour obtenir le fusible optimum, il faut découper à l'avance une série de lamelles (celles-ci étant détruites lors de l'essai) .

D'autre part on peut, en choisissant convenablement la capacité et la tension de charge, obtenir des impulsions de trés courte durée.

En revanche, ce 2ième montage présente certains inconvénients du fait que le circuit de mesure et le circuit auxiliaire ne sont pas séparés. Le début de la mesure est perturbé par les oscillations consécutives à la décharge du condensateur dans des éléments dont la Self n'est pas négligeable (quelques centaines de microhenry). Ceci empêche une détermination précise de la durée t_c de l'impulsion et de l'énergie libérée. Pour remédier à cet inconvénient il faut utiliser un circuit comportant un éclateur amorcé par une étincelle pilote. Il y a alors formation d'un arc d'où décharge du condensateur jusqu'à la tension de coupure de l'arc.

Toutefois, ce montage exige un circuit THT pour l'amorçage, et un systéme de synchronisation éclateur , étincelle, relais et oscilloscope ce qui en complique nettement la réalisation.

Au cours des expériences que nous décrirons ultérieurement nous avons donc utilisé le dispositif à fusible lorsqu'il fallait faire varier la durée de l'impulsion et la connaître avec précision et le dispositif à condensateur pour la mesure des "temps de réponse optiques " de revêtements .

I - 2.5. ETUDE DE LA SURTENSION SUPPORTEE PAR L'ENREGISTREUR AU COURS DE L'IMPULSION :

Au début de certains enregistrements obtenus avec la sensibilité la plus élevée (10 mv $(cm)^{-1}$) on constate une absence de trace sur l'écran de l'oscilloscope .

Ceci est du à l'intervention des circuits de protection. Au cours de l'impulsion, les circuits d'amplification, travaillant à gain maximum sont en effet soumis à de fortes surtensions.

On a donc enregistré la tension de déséquilibre (A - B) en se plaçant sur un faible gain.

Avec le dispositif à condensateur, on obtient des oscillations rapidement amorties dont la pseudo-période est de 0,3 ms. et dont le coefficient d'amortissement est de l'ordre de 3.10^4 , ce qui correspond à une fréquence propre de $3,6 \times 10^4$ Hz

Pour $U_o = 0$ et E = 12 Volts la surtension mesurée est de 4,8 V

Pour $U_o = 30$ V et E = 12 Volts elle est égale à 17 V

Avec le dispositif à fusible on peut admettre qu'à l'instant initial aucun courant ne circule dans la portion du circuit constituée par les rhéostats bobinés R_1 et R_4 .

Pour la résistance maximum R = 9 ohms L = 5.10^{-4} Henry

La résistance r du ruban est de l'ordre de 0,1 Ω

La résistance r' du reste du circuit de 0,2 Ω

On obtient finalement : $$V_A - V_B \simeq \frac{(Uo + E)\, r}{r + r'} \simeq \frac{E + Uo}{3}$$

I - 2.6 <u>DETERMINATION DES ELEMENTS DU PONT</u> :

On peut remarquer que la mesure de la température du ruban n'est possible que lorsque le déséquilibre provoqué par le courant de choc $\dot{I}_1$ est négligeable relativement au déséquilibre provoqué par l'échauffement du ruban. Le temps d'attente correspond à un affaiblissement de $\dot{I}_1$ dans la proportion de 10^4

Lorsqu'on utilise le dispositif à condensateur, ce temps d'attente est défini par :

$$4 \log. e\ r\ C = 4 \times 2,3 \times 0,2 \times 250 \times 10^{-6} = 0,46 \text{ ms.}$$

Pour faciliter le dépouillement des résultats d'expérience, il est commode de réaliser un montage tel que la relation entre le déséquilibre du pont, proportionnel à la déviation du spot sur l'écran de l'oscilloscope et la variation de température ΔT du ruban soit une relation linéaire.

Pour obtenir une précision acceptable, il faut d'autre part qu'une variation de 10° K entraîne une déviation du spot d'au moins 10 mm.

L'oscilloscope que nous avons utilisé, était muni d'un tiroir à 4 voies de 10 mv $(cm)^{-1}$ de sensibilité maximale ce qui conduit à $\frac{\Delta V}{\Delta T} \geqslant 10^{-3}\ V(K)^{-1}$

Les éléments du pont sont définis à partir de la relation :

$$(1) \qquad V_A - V_B = - \frac{E\,(R_2 R_4 - R_1 R_3)}{(R_1 + R_2)(R_3 + R_4)}$$

Comme on équilibre le pont à la température ambiante :

$$(2) \qquad R_2 \cdot R_4 = R_1 \cdot R_3(T_a)$$

Par construction : $R_1 = R_4$ On posera $R_3(T_a) = R_2 = \frac{R_1}{n}$

$$V_A - V_B = \frac{-n\,E\,R_1\,\left[R_3\,(T_a) - R_3(T)\right]}{R_1(n+1)\left[R_3(T) + n\,R_3\,(T_a)\right]}$$

$$V_A - V_B = \frac{-n\,E\,\alpha\,(T - T_a)}{(n+1)\left[1+\alpha T + n\,(1+\alpha T_a)\right]}$$

$$= \frac{-n\,E\,\alpha\,(T - T_a)}{(n+1)\left[(n+1)\,(1+\alpha T_a) + \alpha\,(T - T_a)\right]}$$

On choisira donc n de façon telle que $\alpha\,(T^{\infty} - T_a)$ ait une valeur négligeable par rapport à $(n+1)\,(1+\alpha T_a)$.

Si l'on tient compte des valeurs maximales de ΔT (200°K) et de α cette condition est satisfaite pour $n \geqslant 50$.

Le rapport $\frac{\Delta V}{\Delta T}$ étant voisin de $\frac{E\alpha}{n}$ l'inégalité $\frac{\Delta V}{\Delta T} \geqslant 10^{-3} V\,(K)^{-1}$

entraine $E \geqslant \frac{n}{5}$

L'alimentation devra donc être assurée par une batterie de 12 volts au moins.

D'autre part $\Delta T \simeq r_o \dot{I}^2 = \frac{r_a E^2}{S (R_3 + R_4)^2} \simeq \frac{E^2}{\pi^2 k S r_a}$

est d'un ordre de grandeur comparable à $\frac{E^2 \sigma e}{2n^2 L^2 h}$

Pour un ruban de 9 μ d'épaisseur , pour lequel le coefficient qui caractérise les échanges avec le milieu extérieur a pour valeur 25 W $(m)^{-2}$ on obtient pour la valeur limite $E = \frac{n}{5}$ $\Delta T = 1355\ L^{-2}(cm)$

La longueur du ruban est imposée par les considérations thermiques que nous exposerons au chapitre suivant. Elle doit être de l'ordre de 8 cm. L'amplitude des échelons réalisés dans de bonnes conditions sera donc de l'ordre de 1355/64 = 21°K.

Les résistances de tête du pont doivent être comprises entre 7,5 et 9 Ω On a donc utilisé deux rhéostats bobinés à curseur "SUPREIX" dont la résistance maximale est de 8,5 Ω et correspond à une self maximale de 5.10^{-4} Henry.

Le curseur se déplace sur une tige prismatique, le contact étant assuré par de la graisse graphitée. Pour éliminer les fluctuations de résistance dues à un contact imparfait entre le curseur et la tige support on a ajouté une tresse en cuivre souple.

En parallèle avec l'un des rhéostats est monté un potentiomètre bobiné R_5 de 5 KΩ qui permet de réaliser exactement l'égalité des résistances des deux branches de tête du pont en compensant la discontinuité due au passage du curseur d'une spire à l'autre.

La variation de la résistance R_2 est obtenue à l'aide d'un rhéostat linéaire constitué par 2 fils de 5/10 en constantan montés en parallèle sur lesquels on peut déplacer un curseur en cuivre à l'aide d'une tige hélicoïdale.

La branche (R_3) est constituée par une résistance étalon AOIP de $10^{-3}\Omega$ (courant nominal 50 A) placée en série avec le ruban. La largeur l du ruban est mesurée au moyen d'un micromètre objectif (2mm., 200 divisions) sur lequel on superpose le ruban. Son épaisseur est supposée égale à l'épaisseur moyenne de la feuille dans laquelle il a été découpé . Cette dernière est déterminée à partir des résultats d'une pesée sur une balance électronique. Dans ces conditions l'incertitude relative $\frac{\Delta e}{e}$ est de l'ordre de 1% . La résistance r du ruban est mesurée à l'aide d'un potentiomètre P12 et d'une résistance étalon AOIP de 0,1 ohm.

La valeur de r est déterminée par la relation $r = \frac{Vr}{Ve} Re$ avec une incertitude relative $\frac{\Delta r}{r}$ de l'ordre de 5.10^{-4}.

Le coefficient α a été déterminé en construisant le graphe $r \longleftrightarrow T$ entre 20°C et 140°C. On a utilisé à cet effet un bain d'huile de paraffine chauffé par effet Joule. Lorsque l'on revient à la température ambiante aprés une montée en température jusqu'à 150°C on constate une variation de l'ordre de 1% provoquée par l'allongement permanent entrainant une augmentation irreversible de la résistance .

Pour les mesures effectuées à des températures supérieures à 150°C il faudra donc mesurer r aprés chaque expérience. α est déterminé par la méthode des moindres carrés ou simplement par la formule : $\alpha = \frac{r_1 - r_2}{r_2 T_1 - r_1 T_2}$. On obtient dans ces conditions :

$$\alpha = (4,4 \pm 0,05)\ 10^{-3}$$

Pour réaliser les opérations décrites précédemment, on a d'abord utilisé en (6) un interrupteur sec à contacts actionnés par ressort mais on observait un rebondissement qui se traduisait par un découpage en créneau du courant I_1

On a donc finalement utilisé un relais à mercure actionné manuellement pour éviter les parasites induits lors de l'établissement du courant dans la bobine de commande du relais. Ces parasites provoquaient en effet un départ prématuré du spot de l'oscilloscope.

Les liaisons du pont ont été réalisées à l'aide de fils en cuivre de 1,5 mm de diamètre . Dans nos premières expériences, l'équilibrage du pont était réalisé à l'aide du rhéostat R_2 dans lequel on faisait circuler un courant de 1,2 mA . On annulait la déviation d'un galvanomètre placé entre A et B.

Ce procédé conduisant à une sensibilité insuffisante on a réalisé l'équilibrage en annulant la discontinuité à l'origine observée sur l'écran de l'oscilloscope, de l'enregistrement de la tension de déséquilibre du pont soumis à un échelon de tension de 12V entre C et D .

L'erreur commise en utilisant la sensibilité maximale de l'oscilloscope

Pour préciser les résultats ainsi obtenus, nous avons envisagé l'influence de la résistance interne de l'enregistreur que l'on avait supposée infinie dans les calculs précédents.

La valeur réelle de $V_A - V_B = \Delta V = g\, i$ (1)

avec (2) $$i = \frac{-E\,(R_2 R_4 - R_1 R_3)}{g(R_1 + R_2)(R_3 + R_4)} + \sum_{\alpha \neq \beta \neq \gamma} R_\alpha \cdot R_\beta \cdot R_\gamma$$

$\alpha, \beta, \gamma = 1,2,3,4$

Le $\Delta V_{(c)}$ utilisé dans les calculs est défini par la limite de l'expression (1) quand g augmente indéfiniment .

Comme r est faible devant R et g , on obtient finalement :

$$\frac{\Delta V - \Delta V_c}{\Delta V} \sim \frac{2r}{g}$$

$r = 10^{-1}\,\Omega$. Pour l'oscilloscope $g = 10^6\,\Omega$ et pour le galvanométre $g = 100\,\Omega$ Ces valeurs numériques entraînent donc pour la détermination de ΔT une erreur relative de 10^{-7} dans le premier cas et de 10^{-3} dans le deuxième cas. L'approximation faite est donc tout à fait légitime .

D'autre part l'intensité du courant i_{30} qui circulait dans le ruban si celui-ci ne s'échauffait pas serait $i_{30} = \frac{E}{R+r}$, alors que le courant qui y circule a pour intensité :

$$i_3 = \frac{E}{R + r + r_o \alpha (T-Ta)}$$

Pour $R = 8\ \Omega$, $\alpha = 4.10^{-3}$, $r_o = 10^{-1}\ \Omega$, $T-T_a = \Delta T = 10^{2}\ °K$,

On obtient $\frac{i_{30} - i_3}{i_{30}} = 0,5\%$

La valeur de $\Delta T = T - T_a$ est déterminée par la relation :

$$\Delta T = \frac{(R + r)^2 \ \Delta V}{\alpha r_o \left(ER - (R+r)\ \Delta V\right)} \simeq \frac{R \times \Delta V}{\alpha\ r_o\ (E - \Delta V)}$$

Les erreurs relatives sont définies par :

$$\frac{\Delta R}{R} = 5.10^{-4} \qquad \frac{\Delta \alpha}{\alpha} = 1,1.10^{-2} \qquad \frac{\Delta E}{E} = 2.10^{-2}$$

$$\frac{\Delta(\Delta V)}{\Delta V} = 2.10^{-2} \qquad \frac{\Delta r_o}{r_o} = 1,2.10^{-2}$$

ce qui conduit pour $T - T_o = T_*$ à la condition $\frac{\Delta T_*}{T_*} < 5,4\ 10^{-2}$

L'incertitude dépend surtout de l'erreur commise sur la valeur de α du défaut de stabilité de E et de l'erreur commise sur la détermination de ΔV à partir de l'enregistrement sur l'écran de l'oscilloscope.

On améliorerait la précision en utilisant des bains thermostatés, en enregistrant le déséquilibre du pont sur une plus grande échelle ou en utilisant un millivoltmétre électronique.

Pour éviter au début des mesures une chute rapide de la tension aux bornes des accumulateurs alimentant le pont , nous avons -dans certaines expériences- fait débiter préalablement ces accumulateurs dans un circuit annexe ayant la même résistance que le circuit principal.

On pourrait -si on l'estimait nécessaire- stabiliser la tension d'alimentation du pont.

I - 3. ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA RESISTANCE THERMIQUE INTERNE DE L'EPROUVETTE SUR LA REPARTITION DES TEMPERATURES EN SURFACE

I - 3. i Construction d'un modèle et calcul des diagrammes de référence

Les considérations précédentes nous ont permis de définir une valeur approchée de la température moyenne de l'éprouvette en fonction de l'intensité du courant qui y circule.

Comme dans tout problème de ce genre il est nécessaire d'apporter une attention particulière aux effets produits par les supports qui sont évidemment nécessaires pour maintenir l'éprouvette et qui -dans le cas actuel- constituent également les bornes d'arrivée du courant.

Nous désignerons par ϖ la densité volumique énergétique correspondant à la dissipation par effet Joule d'une certaine quantité d'énergie extérieure par $k(T)$ la fonction de T qui caractérise la conductivité thermique de l'aluminium et par $a(T)$ celle qui caractérise sa diffusivité. L'ensemble spatio-temporel associé à la répartition des températures à l'intérieur de l'éprouvette sera représenté par T_p^t .

Au point de vue géomètrique l'éprouvette (R) peut être assimilée à un parallélépipède rectangle de dimensions 2L, l, e . Ces trois paramètres satisfont aux conditions suivantes : $l/2L < 3 \times 10^{-2}$, $e/l < 2 \times 10^{-2}$, qui permettront certaines simplifications.

Les échanges avec le milieu extérieur s'effectuent d'une part par effets thermoconvectifs et radiatifs entre l'éprouvette et l'atmosphère ambiante à travers la surface latérale et d'autre part par effets thermoconductifs à travers l'interface correspondant au contact entre cette éprouvette et les bornes supports (B) .

Nous admettrons sous réserve de contrôle ultérieur que :

-Les bornes supports ont une capacité calorifique suffisamment grande et une résistance thermique suffisamment faible pour que le flux provenant de l'éprouvette ne modifie pas de façon appréciable leur état thermique .

-Dans les conditions de l'expérience ce dernier peut-être considéré comme uniforme et stationnaire au niveau T_a de la chambre d'expérience .

-La résistance opposée au passage de la chaleur de (R) à (B) à travers l'interface peut-être négligée.

-Les effets thermoconvectifs sont les mêmes sur toute la surface (Σ) de l'éprouvette malgré les perturbations apportées aux extrémités par la présence des bornes supports.

Dans ces conditions les bilans énergétiques des échanges à travers la surface latérale s'expriment par une relation de la forme $M \subset \Sigma(R)$

$$\varphi = K(T) * \left(\frac{dT}{dn}\right)_M^t = F\ (T_M^t, T_a)$$

fonction définie par les [illegible] expérimentale [illegible] la convection naturelle de la convection forcée et du rayonnement thermique.

Pour effectuer les calculs de façon simple nous admettrons -sous réserve de vérification ultérieure- que, dans les conditions de l'expérience la fonction F peut-être valablement représentée par une expression linéaire de la forme :

$$F\ (T_M^t, T_a) = h\ (T_M^t - T_a)$$

h étant un coefficient numérique (loi linéarisée de Newton)

Etant donné la configuration géométrique de l'éprouvette (R) et les dispositions prises pour réaliser le contact (R)-(B) nous pouvons admettre que les surfaces de niveau du champ T_M^t sont les plans de section droite. Le champ ne dépend donc que d'une seule variable d'espace : la distance x du point M considéré au plan médian et il est, de plus, symétrique par rapport à ce plan.

Dans les expériences réalisées , l'amplitude des variations de température est suffisamment faible pour que l'on puisse admettre qu'il est légitime de substituer aux fonctions conductivité et diffusivité de l'aluminium des constantes numériques représentant leur valeur moyenne dans l'intervalle 0 - 200°C.

En exprimant directement le bilan énergétique correspondant aux échanges entre la portion de l'éprouvette comprise entre la section médiane et le plan d'abscisse x_i , avec le reste de l'éprouvette et l'atmosphère ambiante

nous obtenons la relation :

$$(1) \qquad \frac{1}{a} \frac{\partial}{\partial t}\left[T_x^t\right] = \frac{\partial^2}{\partial x^2}\left[T_x^t\right] - \frac{2h}{ke}\left[T_x^t - T_a\right] + \frac{\dot{I}^2}{k\sigma_o} \frac{1 + \alpha T_x^t}{e^2 l^2}$$

valable pour $-L < x < +L$ et pour $t > t_o$

De plus en vertu des hypothéses faites :

$$(2) \qquad T^t_{-L} = T^t_{+L} = T_a$$

Au bout d'un certain temps aprés l'établissement du courant, l'état de l'éprouvette tend à se stabiliser sous l'influence des échanges thermiques avec l'extérieur. Nous représenterons par T_x^∞ l'état stationnaire correspondant.

D'aprés (1) cet état asymptotique est défini par :

$$(3) \qquad \frac{d^2}{dx^2}\left[T_x^\infty\right] - \frac{2h}{ke}\left[T_x^\infty - T_a\right] + \frac{\dot{I}^2}{k\sigma_o e^2 l^2}\left[1 + \alpha T_x^\infty\right] = 0$$

$$(4) \qquad T^\infty_{-L} = T^\infty_{+L} = T_a$$

Pour simplifier l'écriture et faciliter l'interprétation des formules générales en faisant apparaître les paramètres fondamentaux nous poserons :

$$(5) \qquad \frac{\dot{I}^2 \times L^2}{k\sigma_o e^2 l^2}\left[1 + \alpha T_a\right] = A$$

$$(6) \qquad L^2\left[\frac{2h}{ke} - \frac{\dot{I}^2}{k\sigma_o e^2 l^2}\right] = m^2$$

et nous normaliserons les relations précédentes en substituant aux grandeurs physiques x, t et T les grandeurs sans dimensions définies à partir de la transformation affine

$$(7) \qquad \begin{cases} x = L\, x_* \\ t = L^2/a \,.\, t_* = \tau t_* \\ T_x^t = T_a + \xi T_* \end{cases}$$

ξ est un coefficient de normalisation qui a la dimension d'une

les grandeurs ainsi définies satisfont aux relations suivantes :

$$-1 < x_* < +1$$

$$\frac{\partial}{\partial t_*}(T_*) = \frac{\partial^2 T_*}{\partial x_*^2} - m^2 T_* + \frac{A}{\xi}$$

(8)
$$\left[T_*\right]_{x_*}^{0} = 0$$

$$\left[T_*\right]^{t_*} = \left[T_*\right]^{t_*} = 0$$

La loi d'approche définissant la distance entre une température à l'instant t_* et la température limite au même point

$$T_{x_*}^{\infty} - \left[T_*\right]_{x_*}^{t_*} = \left[\theta_*\right]_{x_*}^{t_*} = \theta_*$$

est définie par

(1)
$$\frac{\partial^2 \theta_*}{\partial x_*^2} - \frac{\partial \theta_*}{\partial t_*} - m^2 \theta_* = 0$$

(9) (2)
$$\left[\theta_*\right]_{-1}^{t_*} = \left[\theta_*\right]_{+1}^{t_*} = 0$$

(3)
$$\left[\theta_*\right]_{x_*}^{0} = T_{x_*}^{\infty}$$

on peut écrire explicitement l'expression de la fonction $(T_*)_{x_*}^{\infty}$ sous la forme

(10)
$$\left[T_*\right]_{x_*}^{\infty} = \frac{A}{\xi m^2}\left[\frac{1 - \operatorname{ch} m x_*}{\operatorname{ch} m}\right]$$

Pour déterminer explicitement θ_* on peut utiliser la technique de calcul de Laplace (Appendice I) ou celle de Fourier en exprimant cette fonction

sous la forme d'une série

$$\theta_* = \frac{A}{\xi m^2} \sum_{n=o}^{\infty} Bn \cos(\alpha_n x_*) \exp(-\beta_n^2 t_*)$$

α_n représentant la suite $(2n + 1)\frac{\pi}{2}$ et β_n^2 la suite $(\alpha_n^2 + m^2)$

La condition (9-3) entraine la relation

$$\sum_{n=o}^{\infty} B_n \cos(\alpha_n x_*) = 1 - \frac{ch(m x_*)}{ch\ m}$$

D'où l'on déduit

$$B_n = \int_{-1}^{+1} \cos(\alpha_n u)\, du - \frac{1}{ch\ m} \int_{-1}^{+1} \cos(\alpha_n u)\, ch(m u)\, du$$

$$= \frac{2(-1)^n}{\alpha_n} - \dot{I}_n / ch\ m$$

En utilisant la relation

$$\cos(\alpha_n u)\, ch(m u) = ch(m + i\alpha_n) u + ch(m - i\alpha_n) u$$

on obtient

$$\dot{I}_n = 2\, \mathcal{P}.\mathcal{R}\left[\frac{sh(m + i\alpha_n)}{m + i\alpha_n}\right] = (-1)^n \frac{2\alpha_n^2\ ch\ m}{\alpha_n\ \beta_n^2}$$

La fonction θ peut donc être tabulée en utilisant le développement

$$(11)\quad (\theta_*)_{x_*}^{t_*} = 2A/\xi \sum_{n=o}^{\infty} (-1)^n \cos(\alpha_n x_*) \frac{\exp(-\beta_n^2 t_*)}{\alpha_n \beta_n^2}$$

L'ensemble fonctionnel spatio-temporel $(T_*)_{x_*}^{t_*}$ étant défini par

$$(12)\quad \left[T_*\right]_{x_*}^{t_*} = \frac{A}{\xi}\left[\frac{1}{m^2}\left(\frac{1 - ch\ m\ x_*}{ch\ m}\right) + 2\sum_{n=o}^{\infty} (-1)^{n+1} \frac{\cos\alpha_n x_* \exp(-\beta_n^2 t_*)}{\alpha_n \cdot \beta_n^2}\right]$$

Lorsque l'éprouvette a atteint l'état stationnaire qui correspond aux niveaux supérieurs des écnelons de température locaux la température au centre du ruban a pour valeur

$$(13) \qquad T_o^{\infty} = T_a + \frac{A}{m^2}\left(1 - \frac{1}{\operatorname{ch} m}\right)$$

A la distance x de ce point elle atteint la valeur

$$(14) \qquad T_x^{\infty} = T_a + \frac{A}{m^2}\left(1 - \frac{\operatorname{ch} \frac{mx}{L}}{\operatorname{ch} m}\right)$$

[illegible] correspond à

$$(15) \qquad T_o - T_x = \frac{A}{m^2}\,\frac{\operatorname{ch} \frac{mx}{L} - 1}{\operatorname{ch} m}$$

L'épaisseur du ruban est imposée, les paramètres sur lesquels on peut agir sont la largeur l et la longueur $2L$, l'intensité du courant et le coefficient d'échange h en réglant le dispositif d'aspiration.

Il est nécessaire d'obtenir au centre du ruban une plage d'étendue suffisante $x \geq 2\lambda$ sur lequelle on peut considérer que la température a une valeur bien déterminée. Si l'on désigne par εA l'écart maximum acceptable on devra avoir :

$$(16) \qquad \operatorname{ch} \frac{2m\lambda}{L} - 1 < \varepsilon m^2 \operatorname{ch} m$$

Il est utile de connaître la température moyenne de l'éprouvette définie par l'expression

$$(17) \qquad (\overline{T}_R)^t = \frac{1}{2L} \int_{-L}^{+L} T_x^t \, dx$$

car c'est cette valeur moyenne qui pourra être déterminée numériquement à partir des mesures électriques.

D'aprés la formule (12) elle peut-être calculée à partir de l'expres-

-sion :

$$(18)\quad (T_R)^t = T_a + \frac{A}{m^2}\left[1 - \frac{sh\ m}{m\ ch\ m} - 2\ m^2 \sum_{n=o}^{n=\infty} \frac{1}{\alpha_n^2 \beta_n^2} \exp\left(-a\beta_n^2 t\right)\right]$$

où $\alpha_n = (2n + 1)\ \pi/2$

$\beta_n = \alpha_n^2 + m^2$

Ces considérations permettent de définir la valeur optimum de A et de m et d'en déduire la valeur minimum que doit avoir la longueur de l'éprouvette . C'est cette valeur minimum qu'il convient d'adopter . En effet pour des valeurs supérieures le thermogramme topologique limite présente un palier central plus important mais, en contre partie, la rigidité de l'éprouvette devient insuffisante .

Si l'éprouvette est découpée dans une feuille d'aluminium de $9\ \mu$, on obtient des résultats satisfaisants pour $l = 2mm.$ et $2L = 8cm.$ environ ce qui correspond dans les conditions expérimentales usuelles, à des valeurs de $m \geqslant 5$.

Dans ces conditions la température moyenne $(\overline{T}_R)^\infty$ de l'éprouvette est sensiblement égale à $T_a + \frac{A}{m^2}\left(1 - \frac{1}{m}\right)$

T_o étant voisin de $T_a + A/m^2$ le rapport $\frac{\overline{T}_R - T_a}{T_o - T_a}$ est de l'ordre de $1 - \frac{1}{m} \geqslant 0{,}8$ pour $m \geqslant 5$:

Les effets thermoconvectifs et radiatifs provoquent un échange de chaleur entre l'éprouvette et le milieu extérieur que l'on peut calculer à l'aide de la formule

$$\Phi_1 = 4\ A\ h\ L\ (1 + e)\ \frac{1}{m^2}\left[1 - \frac{sh\ m}{m\ ch\ m}\right]$$

Les effets thermoconductifs aux bornes engendrent d'autre part une

perte thermique définie par le flux :

$$\Phi_2 = 2\,k\,l\,e\,\left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_L = 2\,A\,\frac{k\,l\,e}{m\,L}\,th\,m$$

Avec les valeurs numériques adopté le rapport $\frac{\Phi_2}{\Phi_1}$ est sensiblement égal à : $\frac{1}{N}\,\frac{e}{L}\,\frac{m^2}{m-1}$

La notation N représentant le nombre de Nusselt $\frac{2\,h\,L}{}$

Pour la valeur $m = 5$ adoptée dans la plupart des expériences

$$(19) \qquad \frac{\Phi_2}{\Phi_1} = \frac{25}{4\,N}\,\left(\frac{e}{L}\right)$$

I - 3.2. DETERMINATION EXPERIMENTALE DU NOMBRE DE NUSSELT

En plaçant le ruban dans une des branches d'un pont de Wheastone on peut -en enregistrant le courant de déséquilibre- déterminer la valeur exacte du nombre de Nusselt qui traduit l'influence des échanges thermoconvectifs et radiatifs dans les conditions mêmes des expériences . A partir du diagramme d'enregistrement du déséquilibre on peut en effet calculer le rapport $\frac{(\overline{T}) - T_a}{T_a}$ c'est à dire la valeur numérique de l'expression

$$(20) \qquad \frac{L^2\,\dot{I}^2}{k\,e^2\,l^2\,\sigma_o}\,\frac{(1 + \alpha\,T_a)}{T_a\,m^2}\,\left[1 - \frac{th\,m}{m}\right]$$

L'intensité $\dot{I}$ est déterminé à partir de la mesure de la tension aux bornes de la résistance étalon de $10^{-3}\Omega$ qui a été placée en série avec le ruban.

On construit le graphe auxiliaire (Fig. a) $Y = \frac{1}{X^2}\,(1 - \frac{th\,X}{X})$ et l'on

détermine sur le graphe la valeur X_m qui correspond à la valeur (connue)

$$Y_m = \frac{k\, e^2\, l^2 \sigma_o}{L^2\, \dot{I}^2\, (1+\alpha T_a)} \qquad \left[(\bar{T})^{\infty} - T_a \right]$$

on en déduit la valeur numérique de m et par suite le nombre de Nusselt

$$(21) \qquad N = L\, e \left[\frac{\alpha\, \dot{I}^2}{k\, e^2\, l^2\, \sigma_o} + \frac{m^2}{L^2} \right]$$

I - 3.3. DETERMINATION DIRECTE DE LA DIFFUSIVITE DU RUBAN ET DE SA RESISTANCE ELECTRIQUE MOYENNE

A partir des enregistrements obtenus à l'aide d'un oscilloscope ou d'un enregistreur galvanométrique ,nous avons déterminé le diagramme :

$$(22) \qquad \bar{\Theta}_* = \bar{T}_*^{\infty} - \bar{T}_*^{t} = \frac{2A}{\xi} \sum_{n=o}^{\infty} \frac{\exp\left(-\beta_n^2\, t_*\right)}{\alpha_n^2\, \beta_n^2}$$

Nous avons effectivement constaté qu'en opérant une affinité (qui se traduit par une translation sur les diagrammes logarithmiques) il était possible de réaliser la superposition du thermogramme et du diagramme de référence construit à partir du modèle élaboré dans les paragraphes précédents.

La diffusivité a se déduit de la connaissance du rapport d'affinité τ par $a = L^2/\tau$

On définit de même la résistance électrique moyenne du ruban à l'instant t par application de la formule :

$$(23) \qquad (\bar{r}_R)^t = \frac{1}{e\, l\, \sigma_o} \int_{-L}^{+L} (1+\alpha T)\, dx = \frac{2\, L}{e\, l \sigma_o} \left(1 + \alpha\, \bar{T}_R^{\,t} \right)$$

La variation relative de la résistance pendant la durée de l'impulsion est donc définie par :

$$(24) \qquad \frac{\bar{r}_R^{\,t} - \bar{r}\,(T_a)}{\bar{r}\,(o)} = \alpha A \left[\frac{1}{m^2} \left(1 - \frac{th\, m}{m} \right) - 2 \sum_{n=o}^{\infty} \frac{\exp\left(-a\, \beta_n^2\, t/L^2\right)}{\alpha_n^2\, \beta_n^2} \right]$$

ETUDE D'UN MODELE SIMPLIFIE

On peut -pour simplifier les calculs- concevoir un modèle dans lequel on assimile le ruban par un solide dont la résistance thermique est nulle, dont la température à l'instant t est défini par $(\bar{T})^t$ et dont les échanges avec l extérieur à l'instant t sont caractérisés par une densité superficielle de flux $\bar{H}\ (\bar{T}^t - T_a)$

Ce modèle diffère du modèle plus élaboré que nous venons d'étudier en raison du fait qu'il néglige les effets de bord et qu'il définit les échanges à partir d'un coefficient englobant les effets thermocon-

Dans ce modèle la température moyenne $\bar{T}^t_{(M)}$ est définie par

$$(25) \qquad \bar{T}^t_M - T_a = A \frac{1}{\bar{m}^2} (1 - \exp - t/\bar{\tau})$$

En comparant les états asymptotiques on peut ainsi relier le paramètre $\bar{m}$ à la valeur de m définie précédemment . On obtient :

$$(26) \qquad \frac{1}{\bar{m}^2} = \frac{1}{m^2}\left(1 - \frac{\text{th } m}{m}\right) \simeq \frac{1}{m^2}\left(1 - \frac{1}{m}\right)$$

La formule I -3.1. (6) permet alors de calculer la densité superficielle de flux $\bar{h}$ définissant l'effet global des échanges entre l'éprouvette avec les autres éléments du systéme à partir de la densité du flux par convection-rayonnement h .

Enfin, la formule I -1. 2 (5) montre que $\bar{\tau} = \frac{L^2}{a\,\bar{m}^2}$ avec $a = \frac{k}{\rho c}$ (27)

I - 3.5. DETERMINATION NUMERIQUE DES THERMOGRAMMES D'ETALONNAGE CORRESPONDANT A UN APPORT D'ENERGIE SOUS FORME IMPULSIONNELLE .

Pendant la période $(t_o\ t_1)$ qui suit l'établissement du courant de préchauffage d'intensité $\mathring{I}_o$, les thermogrammes peuvent être calculés par la méthode précédente. On définit ainsi la répartition des températures qui correspond à l'état stationnaire qui est pratiquement atteint au bout d'un cer-

-tain temps facile à calculer.

Au moment où l'on ferme l'interrupteur (6) l'intensité du courant prend la valeur $\mathring{I}_1$ à laquelle correspond des valeurs numériques A_1 et m_1^2 des paramètres fondamentaux, l'état initial de l'éprouvette d'étalonnage étant défini d'aprés l'étude précédente par l'expression $T_{x_*}^{\infty}(A_o , m_o^2)$

La technique de calcul de Fourier n'est pas adaptée à la détermination numérique de la partie des thermogrammes qui correspond à la durée de l'impulsion (t_1) $(t_1 + t_{imp.})$ car l'argument $\beta_n^2 (t - t_1)$ des exponentielles étant trés faible le calcul des séries en x exige un grand nombre de termes et il est difficile d'apprécier a priori l'erreur que l'on commet en se limitant à un certain nombre d'entre eux . Il convient donc pour cette période de représenter les thermogrammes à l'aide des fonctions de diffusion appartenant à l'ensemble fonctionnel de Gauss Laplace (fonctions theta)

La technique de calcul est classique .

Nous considérerons d'abord comme précédemment l'affinité

$$t = \tau\, t_*$$

$$x = L\, x_*$$

$$T_x^t = T_o + \xi_1\ T_*$$

en adaptant l'échelle des temps à la durée $t_{imp} = t_c$ de l'impulsion, c'est à dire à la durée de vie du fusible (ou à la durée de la décharge du condensateur)

Nous poserons ensuite : $(T_*)_{x_*}^{t_*} = G_{x_*}(t_*)$

en considérant x_* comme un paramètre et nous effectuerons la transformation fonctionnelle

$$\int_o^{\infty} G_{x_*}(u) \exp(-pu)\, du = F_{x_*}(p) \qquad \left[F_{x_*}(p) \left[G_{x_*}(t_*) \right] \right.$$

qui associe au thermogramme correspondant (défini par la variation de t_*) le graphe (p , F_{x_*}) définissant l'image de ce thermogramme .

Si x_* varie dans l'intervalle $(-1, +1)$, p conservant une valeur don-

née la fonction F satisfait aux conditions

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} F_{x_*}(p) - \left[p + m_1^2\right] F_{x_*}(p) = -\left[\frac{A_1}{\xi_1 p} + T^o_{x_*}\right]$$

(28)

$$F_{+1}(p) = F_{-1}(p) = 0$$

En adoptant la notation classique $\sqrt{p} = q$ et en posant $q^2 + m_1^2 = q_1^2$ et comme d'autre part

$$T^o_{x_*} = \frac{A_o}{\xi_o m_o^2}\left[1 - \frac{\operatorname{ch} m_o x_*}{\operatorname{ch} m_o}\right]$$

On en déduit

$$(29)\quad F_{x_*}(p) = \frac{1}{q_1^2}\left[\frac{A_1}{\xi_1 q^2} + \frac{A_o}{m_o^2 \xi_o}\right]\left(1 - \frac{\operatorname{ch} q_1 x_*}{\operatorname{ch} q_1}\right) + \frac{A_o}{(m_o^2 - q_1^2)\xi_o}\left[\frac{\operatorname{ch} m_o x_*}{\operatorname{ch} m_o} - \frac{\operatorname{ch} q_1 x_*}{\operatorname{ch} q_1}\right]$$

Nous avons étudié particulièrement le cas ou $A_o = 0$: Impulsion dans un ruban initialement à température ambiante c'est à dire tel que $T^o_{x_*} = T_a$

Dans ce cas en choisissant ξ_1 tel que $\xi_1 = \frac{A_1}{m_1^2}$, l'expression précédente devient

$$(30)\quad F_{x_*}(p) = \frac{m_1^2}{q_1^2 q^2}\left[1 - \frac{\exp(q_1 x_*) + \exp(-q_1 x_*)}{\exp(q_1) + \exp(-q_1)}\right] - \frac{m_1^2}{q_1^2 q^2}\left[1 - \frac{\operatorname{ch} q_1 x_*}{\operatorname{ch} q_1}\right]$$

Comme on peut exprimer à l'aide de fonctions dont on posséde des tables complétes les originaux des fonctions $\frac{1}{q}\exp(-q x_*)$ et $\frac{1}{q^2 - \nu^2}\exp(-q x_*)$ on est conduit à développer les expressions

$$\exp(\pm q_1 x)/\left(\exp(q_1) + \exp(-q_1)\right) = \exp\left(\pm q_1 (x - 1)\right) \cdot \left(1 + \exp(-2q_1)\right)^{-1}$$

en série entière dont le terme général est de la forme :

$$(-1)^n \exp\left(-q_1 (2n + 1 \pm x_*)\right)$$

on applique ensuite les formules

$$(1)\quad \frac{m_1^2}{q^2 q_1^2} = \frac{m_1^2}{q^2(q^2 + m_1^2)} = \frac{1}{q^2} - \frac{1}{q_1^2}$$

$$
\left\{
\begin{aligned}
&(2)\quad \frac{1}{q^2}\exp(-q\,x_*)\left[\ \mathrm{Erfc}\,(x_*/2\sqrt{t_*}\,)\right.\\
&(3)\quad \frac{1}{q^2-\alpha^2}\exp(-q\,x_*)\left[\ \frac{1}{2}\exp(\alpha^2 t_*)\left(\exp(-\alpha x_*)\,\mathrm{Erfc}\left(\frac{x_*}{2\sqrt{t_*}}-\alpha\sqrt{t_*}\right)+\right.\right.\\
&\qquad\qquad \left.\left.\exp(\alpha x_*)\,\mathrm{Erfc}\left(\frac{x_*}{2\sqrt{t_*}}+\alpha\sqrt{t_*}\right)\right)\right.\\
&(31)\\
&(4)\quad \frac{1}{q(q^2-\alpha^2)}\exp(-q\,x_*)\left[\ \frac{1}{2\alpha}\exp(\alpha^2 t_*)\left(\exp(-\alpha x_*)\,\mathrm{Erfc}\left(\frac{x_*}{2\sqrt{t_*}}-\alpha\sqrt{t_*}\right)-\right.\right.\\
&\qquad\qquad \left.\left.\exp(\alpha x_*)\,\mathrm{Erfc}\left(\frac{x_*}{2\sqrt{t_*}}+\alpha\sqrt{t_*}\right)\right)\right.\\
&(5)\quad F_{x_*}(p+a)\left[\ G_{x_*}(t_*)\cdot\exp(-a t_*)\right.
\end{aligned}
\right.
$$

On calcule donc successivement les fonctions

$$(32)\quad \sum_{n=0}^{\infty}(-1)^n\exp(-m_1^2 t_*)\,\mathrm{Erfc}\,\frac{2n+1+\varepsilon x_*}{2\sqrt{t_*}} = A^{t_*}_{\varepsilon x_*}(m_1) \quad\text{avec}\quad \varepsilon = \pm 1$$

$$(33)\quad \sum_{n=0}^{\infty}(-1)^n\exp\left(m_1(2n+1+\varepsilon x_*)\right)\ \mathrm{Erfc}\left(\frac{2n+1+\varepsilon x_*}{2\sqrt{t_*}}+m_1\sqrt{t_*}\right) = B^{t_*}_{\varepsilon x_*}(m_1)$$

Pour une valeur déterminée de x_* et différentes valeurs de t_* le thermogramme correspondant au point p associé à la valeur de x_* considérée est alors défini par

$$(34)\quad T^{t_*}_{x_*} = 1-\exp(-m_1^2 t_*)+\left(A_{x_*}(m_1)+A_{-x_*}(m_1)\right)-\frac{1}{2}\left[B_{x_*}(m_1)+B_{-x_*}(m_1)+B_{x_*}(-m_1)+B_{-x_*}(-m_1)\right]$$

La température moyenne $\bar{T}^t$ peut-être calculée directement par intégration par rapport à x_* de l'expression précédente ou en remarquant que sa transformée de Laplace $\bar{F}(p)$ se déduit par intégration par rapport à x_* de la transformée de $T^{t_*}_{x_*}$ ainsi :

$$(35)\quad \bar{F}(p) = \frac{m_1^2}{q_1^2 q^2}\left[1-\frac{1}{\operatorname{ch} q_1}\right] = \frac{m_1^2}{q_1^2 q^2}\left[1-\frac{1}{q_1}-2\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n\frac{\exp(-2n\,q_1)}{q_1}\right]$$

En appliquant les formules (31) : 4 et 5 on calcule de même que précédemment

la fonction :

$$(36)\quad \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(2n/m_1)\ \mathrm{Erfc}\left(n/\sqrt{t_*} + m_1\sqrt{t_*}\right) = c_*(m_1)$$

L'évaluation de température moyenne est alors représentée par l'expression

$$(37)\quad \bar{T}^t = T_a + \frac{A_1}{m_1^2}\left\{1 - \exp(-m_1^2 t_*) - \frac{1}{m_1}\left[c_*(-m_1) - c_*(m_1) + \mathrm{Erfc}\, m_1\sqrt{t_*}\right]\right.$$
$$\left. + 2\exp(-m_1^2 t_*)\sqrt{t_*}\left[1/\sqrt{\pi} + 2\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n \mathrm{I}_n\mathrm{Erfc}(n/\sqrt{t_*})\right]\right\}$$

La procédure expérimentale adoptée consiste à régler la tension de charge du condensateur (ou la largeur du fusible) et par conséquent la valeur quadratique moyenne $\dot{I}_1$ de l'intensité circulant dans l'éprouvette pendant la durée t_c de l'impulsion de manière à ce que la température moyenne de l'éprouvette à la fin de l'impulsion $\bar{T}^{t_{c_*}}(A_1, m_1)$ soit égale à la valeur $\bar{T}_*^{\infty}(A_2, m_2)$ correspondant à l'intensité $\dot{I}_2$ du courant circulant dans l'éprouvette aprés fusion du fusible ou décharge du condensateur.

La durée t_c de l'impulsion est facilement déterminée par simple lecture sur l'écran de l'oscilloscope . Nous démontrerons que pour la durée maximale de t_c rencontrée dans nos mesures $\bar{T}^{t_{c_*}}$ peut-être représenté , avec une précision suffisante, par les trois premiers termes de l'expression (37) :

$$(38)\quad \bar{T}^{t_{c_*}} = T_a + \frac{A_1}{m_1^2}\left[1 - \exp(-m_1^2 t_{c_*})\right] = T_a + A_1 t_{c_*} + o(t_c^2)$$

La procédure expérimentale adoptée se traduit donc mathématiquement par l'égalité

$$T_a + A_1 t_{c_*} = T_a + A_2\left[\frac{1}{m_2^2}\left(1 - \frac{\mathrm{th}\, m_2}{m_2}\right)\right]$$

c'est à dire :

$$(39)\quad \frac{A_1}{A_2} = \frac{\dot{I}_1^2}{\dot{I}_2^2} = \frac{1}{m_2^2}\left(1 - \frac{1}{m_2}\right) \cdot \frac{1}{t_{c_*}}$$

La relation précédente permet de calculer $\dot{I}_1^2$ puis m_1 connaissant les paramètres m_2 , $\dot{I}_2$ caractéristiques de l'état final.

Avec les valeurs usuelles :

$$\left| \begin{array}{l} t_c = 10^{-3}\ s \quad \text{et} \quad t_{*c} = \dfrac{a\, t_c}{L^2} = 5{,}3 \times 10^{-5} \\ m_2 \simeq 6 \\ \dot{I}_2 \simeq 1\ A \end{array} \right.$$

on obtient $\dot{I}_1^2 = 440$ et $m_1^2 = -1010$ $\quad (m_1 = 32\, j$ avec $j^2 = -1)$

On constate alors que le produit $m_1^2\, t_{c_*} = 5{,}3 \times 10^{-2}$ est petit devant 1 mais qu'il est grand devant les autres termes de la relation (37) ce qui justifie a posteriori l'écriture de la relation (38) Pendant la durée du choc thermique l'éprouvette étalon subit donc un échauffement pratiquement adiabatique , c'est à dire que les pertes par convection et rayonnement dans l'enceinte et par conduction dans les supports sont négligeables par rapport à l'énergie dissipée par effet Joule dans l'éprouvette .

Etant donné le caractère uniforme de l'échauffement par effet Joule, la distribution des températures à la fin du choc thermique sera elle aussi uniforme tout au long de l'éprouvette, excepté au voisinage des bornes qui restent à température ambiante . L'équation (30) permet de retrouver ce résultat . On constate en effet que pour les valeurs calculées précédemment et correspondant aux conditions expérimentales usuelles $A_{x_*}(m_1)$ et $B_{x_*}(m_1)$ sont pratiquement nuls dés que $-1 + \eta \leqslant x \leqslant 1 - \eta$ avec $\eta \leqslant 0{,}02$

Ainsi $T^{t_{c_*}}_{x_*} \simeq \bar{T}^{t_{c_*}}$ pour $\left\{ \begin{array}{l} -1 + 0.02 < x_* < 1 - 0.02 \\ t_{c_*} \leqslant 5.3 \times 10^{-5} \end{array} \right.$

On remarquera que comme m_1^2 est négatif, les fonctions A_*, B_*, C_* doivent être représentées dans le plan complexe ce qui conduira à utiliser des tables de la fonction d'erreur à argument complexe [12] si l'on veut effectuer à la main des calculs plus détaillés ou à utiliser les développements en série appropriés dans le cas d'emploi de calculateurs électroniques numériques.

I - 3.6. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I -3.6.1. Etude du régime asymptotique

Les caractéristiques géomètriques de l'éprouvette d'étalonnage dont l'ordre de grandeur a été déterminé à partir des calculs précédents qui conduisent en particulier à $L \geqslant 3,5$ cm. correspondent aux valeurs réelles $L \simeq 80$ mm. , $l \simeq 2$ mm. , $e \simeq 9$ microns.

Le ruban d'aluminium éprouvette est encastré par serrage à ses extrêmités dans deux bornes constituées par deux pièces massives en laiton suivant le schéma représenté sur la figure -a- . Ces supports sont eux mêmes fixés sur une plaque de plexiglass (de 50 mm. d'épaisseur) constituant une des parois d'une enceinte de 300 cm3 de volume intérieur (photo -b-)

La face à travers laquelle s'effectue les visées est constituée par une feuille de rhodoïd de 1/10 mm. , l'étanchéité était assurée à l'aide d'un mastic spécial.

Une vis prenant appui sur un tube rigide permet de déformer légèrement en son milieu la plaque de plexiglass sur laquelle sont fixées les bornes supports . En créant une précontrainte et un allongement dans le domaine d'élasticité de l'éprouvette cette opération compense les effets de dilatation. Un thermomètre sensible à 1/20°K permet de contrôler la température de l'enceinte.

Le diagramme1de la figure -c- représente la quantité d'énergie dissipée par effet Joule dans l'éprouvette considérée en fonction de l'écart qui existe entre la température moyenne de cette éprouvette et la température du milieu ambiant.

En considérant le rapport $W / \bar{T} - T_a$ on obtient une valeur du coefficient $\bar{h}$ définissant l'effet global des échanges entre l'éprouvette et les autres éléments du montage.

On constate que le graphe 2.c correspondant présente une grande courbe pour de faibles écarts ($\Delta T < 12°K$) et se confond pratiquement avec son asymptote dés que $\Delta T > 80°K$.

Le graphe 3.c représente le coefficient moyen correspondant aux effets de la convection naturelle et du rayonnement calculés en considérant que h a une valeur constante tout le long de l'éprouvette .

Pour la longueur minimale $L_{(m)} = 3,5$ cm. $h = 30$ W $(m)^{-2}$ le rapport entre les pertes énergétiques dues à la conduction et les pertes dues aux effets thermoconvectifs et radiatifs est de l'ordre de 15.10^{-2}.

On a comparé les résultats obtenus à partir de l'analyse précédente qui conduit à définir les propriétés thermométriques de l'éprouvette d'étalonnage aux résultats fournis par la mesure de la température superficielle au centre à l'aide de la photothermométrie .

Les expériences réalisées sur plusieurs éprouvettes et dans l'intervalle de température (20°C. 200°C) ont conduit à des résultats concordants à moins de 2 % sauf pour les valeurs de $\Delta T = \bar{T} - T_a < 10°K$. qui correspondent à la zone de forte variation de h .

I - 3.6.2. Etude du régime transitaire consécutif à un échelon de courant

Dans une autre série d'expériences nous avons déterminé la variation de la température moyenne de l'éprouvette d'étalonnage et les courbes de mise en régime calculées d'une part en tenant compte des effets de la résistance thermique interne et d'autre part en négligeant ces effets ce qui correspond au modèle simplifié étudié au § 1.3.4.-

Les expériences ont été faites d'abord à pression atmosphérique, en utilisant les phénomènes de convection naturelle puis en réalisant dans l'enceinte un vide primaire de 10^{-3} Torr correspondant à l'extinction d'une jauge à ionisation .

L'utilisation d'un enregistreur galvanométrique ultraviolet Schlumberger AO 3000 à la place de l'oscilloscope a permis d'améliorer la sensibilité du montage.

Les galvanomètres utilisés étaient des galvanomètres à cadre mobile "crayon" fabrication SOUTHERN type SMI/A (Fréquence propre 60 Hz, résistance interne 65 Ω , résistance critique 250Ω , sensibilité 0.0008 m A/cm)

Nous avons constaté que dans le cas où il y a des effets de convection, l'évolution de température moyenne était assez différente de celle qui correspond aux diagrammes de référence calculés . La valeur asymptotique n'est atteinte qu'au bout de 5 sec. et il existe des fluctuations autour de cette valeur dont l'amplitude est de l'ordre de 2% de cette valeur (fig. a et b) . Lorsque l'on opére sous vide on n'observe plus de fluctuations et le thermogramme se confond avec le diagramme de référence construit à partir des hypothéses du modèle simplifié (fig. c) .

Le ruban se comporte donc comme si le coefficient d'échange au cours de la mise en régime était plus grand que le coefficient d'échange régissant les échanges par convection une fois le régime stationnaire atteint

Ceci s'explique en concevant l'existence, autour du ruban chauffé, d'une "gaine" d'air chaud qui diminue le flux transmis par conduction dans les couches d'air voisines du ruban . On sait [10] que ce flux contribue de manière sensible, corrélativement au flux purement convectif, à l'échange de chaleur en convection naturelle .

A titre d'exemple nous avons reproduit en appendice II le dépouillement complet des expériences qui ont permis le tracé des courbes a,b, et c.

Dans la suite de ce travail nous avons effectué à pression atmosphérique, les expériences destinées à la détermination de la chaleur volumique de l'éprouvette étalon, en utilisant le modèle théorique simplifié, c'est à dire le schéma du bloc isotherme. En effet la précision désirée ne justifiait pas l'emploi d'une enceinte à vide .

I - 3.6.3. Etude du régime transitaire consécutif à une impulsion de courant (choc thermique)

On adopte le programme suivant :

1°) On mesure sur l'écran de l'oscilloscope la tension de déséquilibre du pont correspondant au courant d'intensité $\dot{I}_2 = \dot{I}^{\infty}$ défini précédemment .

2°) On se place sur une vitesse de balayage de 1 ms.$(cm)^{-1}$ et on opére en "coup par coup" . Le spot part au début de la décharge du condensateur . Aprés quelques tatonnements (4 ou 5 au maximum) on parvient à régler la

tension de charge du condensateur à une valeur qui correspond à une tension de déséquilibre égale à celle qui a été mesurée en (1°) . La rémanence des phosphores de l'écran permet d'effectuer ce réglage à l'oeil nu trés facilement.

Une fois ce réglage effectué, on se place sur une vitesse de balayage de 50 $ms(cm)^{-1}$ On constate que la température moyenne de l'éprouvette d'étalonnage diminue légérement avant de remonter jusqu'à la valeur limite qui correspond au niveau supérieur de l'échelon en un temps de l'ordre de 0,1 à 0,2 s. (schéma e)

Nous avons interprété ce phénomène de la façon suivante :
Pendant la durée trés bréve ($\leq$1ms) de l'impulsion, les phénomènes de conduction ne produisent pas d'effet sensible, le thermogramme topologique a la forme d'un trapèze presque rectangle.

Pour préciser ce point, nous avons effectué une expérience auxiliaire inspirée de certaines études faites au Centre d'Etudes Nucléaires de Fontenay aux Roses sur la chaleur spécifique des métaux [11]

On fait passer dans un fil mince un courant trés intense pendant une durée comprise entre 0,1 et 1 sec. Au début de l'expérience le fil porté au rouge blanc, est uniformément lumineux sur toute sa longueur puis il s'assombrit à partir des extrémités en 0,1 à 0,2 sec.

La température de l'éprouvette d'étalonnage est donc d'abord pratiquement uniforme (cf. § 1.3.5.)-schéma b- . Cette uniformité disparait lorsque les échanges avec les bornes supports se sont établis . Le thermogramme présente alors une allure générale conforme au schéma c- . Comme le flux évacué par convection-rayonnement dépend de la différence entre la température de l'éprouvette et celle du milieu ambiant ces échanges diminuent. Le flux évacué par conduction diminue ensuite en raison de la diminution du gradient de température aux extrémités de l'éprouvette. Tous ces effets produisent une augmentation de la température moyenne qui correspond à l'effet du courant d'entretien -schéma d- .

La température limite mesurée au centre de l'éprouvette est donc plus élevée que celle qui correspond à l'impulsion .

Ces considérations expliquent le fait que l'importance du phénomène est d'autant plus forte que l'éprouvette est plus courte car le rapport entre le flux évacué par conduction et le flux évacué par convection -rayonnement est plus important dans le cas d'une éprouvette courte que dans le cas d'une éprouvette longue.

C'est ainsi que pour une éprouvette de 3 cm. la diminution de la température moyenne atteint 5 % de l'amplitude de l'échelon .

Elle n'est plus que de 1% pour une éprouvette de 8 cm.

I - 4. ETUDE DE L'INERTIE THERMIQUE DES COUCHES MINCES LUMINESCENTES

I - 4.1. INTRODUCTION

Pour obtenir par excitation UV un rayonnement utilisable pour les mesures thermiques il est nécessaire de déposer sur la surface du ruban-éprouvette une couche mince de produit luminescent.

Initialement dans certains cas cette couche était répartie sur quelques mm^2 seulement, au voisinage du centre d'une des faces du ruban.

Dans d'autres cas, elle recouvrait la totalité de cette surface.

La couche mince luminescente est obtenue en mélangeant trois volumes d'une poudre constituée par des microcristaux luminescents à un volume de résine silicone Rhodorsil 4510 non polymérisable à la température ambiante.

Ces substances sont déposées sur le ruban avec un pinceau . Un excés de toluène qui fait office de solvant volatil de la résine , permet de réaliser des couches homogènes.

Les premiers revêtements que nous avons réalisés étaient composés de microcristaux de znS cdS (Mn Au) de granulométrie irrégulière et malgré un lissage avec une spatule ils étaient relativement épais 5/100mm. vis à vis de l'épaisseur du ruban support (1/100mm). Ils étaient en fait constitués par plusieurs couches de cristaux liés entre eux et au ruban par de la résine. Cette structure n'est pas favorable à la propagation de la chaleur d'autant plus que le liant utilisé (résine de silicone) est un isolant thermique. (chap.III-1.3.)

Ces considérations expliquent pourquoi, dans certaines des expériences que nous avons effectuées l'inertie thermique du revêtement était supérieure à celle de son support. L'évolution de température moyenne de l'éprouvette dépend donc à la fois du capteur proprement dit et du revêtement.

L'étude de l'évolution thermique de ce milieu composite consécutive à une impulsion de courant ne permet pas d'obtenir des résultats expérimentaux directement extrapolables au cas ou le revêtement est mince et est

déposé sur un support massif qui impose sa température, mais elle fournit les éléments nécessaires à l'élaboration du modèle mathématique correspondant. Elle montre d'autre part que l'on peut en utilisant le montage décrit au chapitre précédent, déterminer le temps de relaxation optique des revêtements dans certaines conditions qui seront précisées.

I - 4.2. REALISATION D'UN CHOC THERMIQUE DANS LE RUBAN SUPPORT D'UN REVETEMENT

I - 4.2.1. On veut faire subir au ruban métallique muni d'un revêtement, une évolution de température identique à celle qu'il subit, sans revêtement, lors d'un choc thermique. Or les caractéristiques thermophysiques du ruban support et en particulier sa capacité calorifique par unité de longueur sont les mêmes en tout point de sa longueur. Il faudra donc que l'ensemble composite ruban-support présente la même propriété . Le revêtement doit donc lui aussi posséder les mêmes caractéristiques tout au long du ruban, c'est à dire qu'il doit recouvrir entièrement l'un ou les deux faces du ruban et qu'il doit avoir une épaisseur constante. Cette condition nécessaire n'est pas suffisante.

Ainsi un ruban de | 3 cm. de long
| 6 microns d'épaisseur ,
| recouvert d'un revêtement de znS cdS (Mn Au)

lissé à la spatule et d'épaisseur 0,5 mm. a été soumis à la procédure décrite au § I -3.6.3. :

On a d'abord observé sur l'écran de l'oscilloscope le déséquilibre du pont dû au courant $\dot{I}^{\infty} = \dot{I}_2$

Puis, en se plaçant sur une vitesse de balayage de 1ms/cm et en utilisant la rémanence de l'écran, on a agi sur la tension de charge du condensateur de manière à ce que le déséquilibre consécutif au choc soit égal au déséquilibre qui correspondrait à I^{∞}. Si l'on observe alors le phénomène sur une vitesse de balayage de 0,2 s/cm. on obtient un oscillogramme analogue à celui du schéma -a- .

On constate que, aprés un échauffement brutal le ruban se refroidit rapidement puis revient lentement à une température égale à sa température initiale.

Le phénomène est analogue à celui décrit au § I - 3.6.3. mais il est très accentué (10 fois plus important). L'explication en est différente :

Pendant le choc thermique proprement dit, c'est à dire pendant un intervalle de temps inférieur à 1ms. , l'énergie calorifique est libérée directement dans le ruban d'aluminium et celui-ci la communique par conduction au revêtement. La température moyenne du ruban est donc plus élevée et en avance vis à vis de la température moyenne du revêtement. Lorsque l'impulsion proprement dite est terminée, l'échange de chaleur se poursuit et comme la puissance fournie par le courant $\mathring{I}^{\infty}$ est faible relativement à celle qui est mise en jeu pendant le choc thermique, le revêtement emprunte l'énergie nécessaire à son support, ce qui fait baisser la température du ruban. Quand la température de l'ensemble s'est uniformisée elle croît alors plus lentement du fait de l'apport d'énergie dû au courant d'entretien $\mathring{I}^{\infty}$. Ce phénomène a donc pour origine la différence des vitesses qui caractérisent les échanges de chaleur :

- par effet Joule pendant le choc thermique
- par conduction entre le revêtement et son support
- par convection entre l'ensemble revêtement-support et le milieu ambiant (air)
- par conduction dans les bornes support .

Il devient négligeable pour les rubans dont la longueur est supérieure à 8cm., l'épaisseur supérieure à 9 microns et avec des revêtements dont l'épaisseur est inférieure à 60 microns.

La plupart des expériences ont donc été réalisées sur des ensembles revêtement-support qui satisfaisaient à ces conditions. Une des faces du ruban support était entièrement recouverte par le revêtement dont on examinait que la partie centrale. L'enregistrement de la tension de déséquilibre du pont simultanément au signal de luminescence permettait alors de vérifier que l'on avait bien réalisé simultanément le choc thermique dans le ruban et dans le revêtement.

I - 4.2.2. Influence de l'inertie thermique du revêtement

On vient de voir que l'on peut réaliser un choc thermique dans un ruban de 9 microns d'épaisseur recouvert d'une couche luminescente d'épais-

seur uniforme inférieure à 50 microns.

Ceci signifie qu'au bout d'un temps $t_c \simeq 1$ms les températures moyennes du revêtement et du support sont pratiquement égales et qu'il n'y a plus échange de chaleur entre ces deux éléments, ou bien que le revêtement présente pour ces épaisseurs une capacité calorifique trés inférieure à celle du ruban et que la modification qu'il apporte au comportement thermique du ruban ne peut-être décelée.

Cette dernière hypothése est facilement écartée . En effet si on assimile le revêtement à une couche uniforme et homogène de chaleur volumique $\chi = \rho c = 2500 \times 750$ J/m^3 on obtient pour une couche d'épaisseur de 60 microns une capacité calorifique par unité de surface de : $50 \times 10^{-6} \times 250 \times 750 \simeq 95$ J/m^2 alors que celle du ruban lui-même est égale à $2700 \times 903 \times 9 \times 10^{-6} \simeq 22$ J/m^2

L'influence de la capacité calorifique du revêtement a été mise en évidence dans nos première expériences dans lesquelles le revêtement était déposé sous forme de tache de dimensions réduites au centre du ruban . Un tel revêtement sera par la suite appelé "revêtement localisé" . On constatait que lors des fausses manoeuvres qui entrainaient la fusion du ruban , cette fusion ne concernait pas la partie médiane en contact avec le revêtement (fig. b)

D'autre part les mesures de temps de réponse optique effectuées avec de tels revêtements conduisaient à des résultats trés différents de ceux obtenus avec des revêtements de même épaisseur mais recouvrant entièrement le ruban sur une de ses faces;"revêtement non localisé"

Ainsi les mesures de temps de réponse effectuées sur des revêtements non localisés fournissaient des valeurs :

-reproductibles
-indépendantes du revêtement (pourvu que celui-ci soit monogranulaire)
-indépendantes de l'amplitude du choc thermique (celle-ci restant inférieure à 30°C)
-trés faibles dans le cas du znS cdS (Mn Au) : de 1 à 10 ms.

Par contre les mesures effectuées sur des revêtements localisés conduisaient à des valeurs :

-peu reproductibles
-fonction du revêtement, même monogranulaire
-fonction de l'amplitude du choc thermique
-relativement importantes de 200 à 1000 ms dans le cas du znS cdS (Mn Au)

Ces différences s'expliquent car dans le cas des mesures effectuées sur les revêtements localisés on ne satisfait pas à la condition nécessaire du § I - 4.2.1.

On crée au point ou est déposé le revêtement une zone de capacité calorifique par unité de longueur égale à p fois $(0,5 < p < 5)$ la capacité calorifique par unité de longueur des zones adjacentes non recouvertes.

Cependant la capacité calorifique totale de la zone recouverte reste faible devant la capacité calorifique du ruban. Lorsqu'une impulsion de courant échauffe un tel ruban , si à la fin de l'impulsion l'accroissement de la température moyenne du ruban est ΔT , l'accroissement $\Delta T'$ de la température de la zone recouverte sera tel que $\Delta T' \simeq \frac{\Delta T}{p}$

Cette zone va donc se réchauffer ultérieurement par conduction de manière à ce que $\Delta T'$ devienne égal à ΔT .

Le temps nécessaire à ce rétablissement de l'équilibre est fonction du coefficient d'échange h, et on a vu au chap. I -1 qu'il était de l'ordre de 0,2 à 1 s.

Enfin, ce phénomène est pratiquement indécelable sur l'enregistrement de la température moyenne car la capacité calorifique du revêtement reste petite devant celle du ruban et par suite la variation de température moyenne du ruban est négligeable.

Ces résultats vont être retrouvés et complétés par une voie différente dans les paragraphes suivants.

I - 4.3. ETUDE THEORIQUE DE L'EVOLUTION THERMIQUE DU MILIEU COMPOSITE CONSTITUE PAR LE REVETEMENT ET SON SUPPORT

I-4.3.1 Utilisation d'un modèle dans lequel le rapport entre la chaleur volumique du revêtement et celle du support est négligeable .

Dans ce modèle on assimile le revêtement a une couche uniforme et homogène :

⊛ {
- de diffusivité thermique $a = \frac{k}{\rho c} \quad 10^{-6} \ m^2$
- de conductivité $k = \frac{7,5}{4} \quad W/M^{\circ}C^{-1}$
- chaleur volumique $\gamma = \rho c = 2500 kg/m^3 \cdot 750 J/kg = 1.875 \times 10^{-6} J/m^3$

échangeant de la chaleur par convection, rayonnement sur une de ses faces le coefficient d'échange h étant constant et soumise sur l'autre à un échelon de température d'amplitude θ .

D'aprés [13] la valeur de la température locale au point d'abscisse x du revêtement est définie par la relation

$$\frac{T}{\theta} = \frac{1 + E\,(1-x/E)}{1+E} - 2 \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(\beta n^2 + L^2)\, \sin \beta n\, x/e}{\beta n (\beta n^2 + E + E^2)} \exp\,(-\beta n^2\, t_*) \quad (1)$$

ou l'on pose

e = épaisseur du revêtement
eh = E
$\alpha_n e = \beta n$
$at/e^2 = t_*$

ces grandeurs vérifient la relation :

$$\beta n \ \cot g\ \beta n + E = o \qquad (2)$$

La température moyenne est définie par :

$$\frac{Tm}{\theta} = \frac{1}{2}\ \frac{2+E}{1+E} - 2 \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(\beta n^2 + E)\ (1-\cos \beta n)\ \exp(-\beta n^2\, t_*)}{\beta n^2\ (\beta n^2 + E + E^2)} \qquad (3)$$

⊛ Ces valeurs numériques résultent des résultats de mesures exposées au chapitre II -4.

et comme h est faible et e petit E ≪ o on peut alors écrire . une approximation $\beta n = (2n + 1)\pi/2$ et

$$\frac{Tm}{\theta} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=o}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp - \frac{(2n + 1)^2 a \pi^2 t}{4 e^2} \qquad (4)$$

soit :

$$\frac{Tm}{\theta} = 1 - \frac{8}{\pi^2}\left[\exp\left(-\frac{a \pi^2 t}{4 e^2}\right) + \frac{1}{9} \exp\left(-\frac{9 a \pi^2 t}{4 e^2}\right) + \ldots \right]$$

Si l'on prend $\begin{cases} a = 10^{-6}\ m^2 \\ e^2 = 10 \times 10^{-10}\ m \end{cases}$ (e = 31,6 microns) on calcule qu'au bout de $t = 2{,}3 \cdot \frac{4 e^2}{a \pi^2} \simeq 10^{-3}$ s on a atteint pratiquement les $1 - \frac{8 \times 0.1}{\pi^2} = 92\%$ de la valeur d'équilibre final .

Pour un revêtement d'épaisseur maximale 60 microns , il faudra un temps 4 fois supérieur (4×10^{-3} s) pour atteindre 92% de la valeur d'équilibre.

I - 4.3.2. Utilisation d'un modèle ou les capacités calorifiques du [illegible] et du revêtement sont du même ordre de grandeur

Le modèle adopté est un compromis entre la nécessité d'obtenir une représentation mathématique aussi proche que possible de la réalité tout en fournissant des résultats sous forme de formules explicites suffisamment simples pour pouvoir être exploitées sans l'aide d'ordinateur .

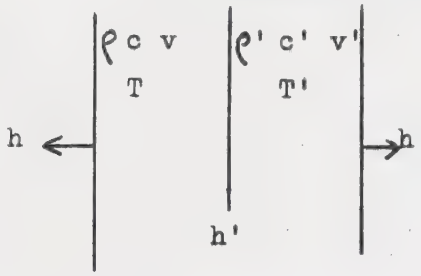
-Le ruban support métallique et le revêtement seront assimilés à deux corps de conductivité infiniment grande et respectivement de capacités calorifiques $\rho c v$ et $\rho' c' v'$ (cf. § I -1.).

-L'échange de chaleur entre le support et le revêtement est définie par une loi linéaire , le flux étant considéré comme proportionnel à l'écart qui existe entre les températures moyennes des deux milieux considérés.

Le coefficient $h' = 1/R$ de proportionnalité est relativement grand par rapport au coefficient moyen h d'échange qui caractérise les échanges avec le milieu extérieur.

Les caractéristiques de chaque revêtement ρ' c' v' et h' seront déterminées par l'expérience .

En écrivant ,



$$\frac{dT}{dt} + \frac{s\,(h+h')}{\rho\, cv}\,T - \frac{s\,h'\,T'}{\rho\, cv} = \frac{Q\,(t)}{\rho\, cv}$$

$$\frac{dT'}{dt} + \frac{s\,(h+h')}{\rho'\,c'\,v'}\,T' - \frac{s\,h'\,T}{\rho' c' v'} = o \qquad (5)$$

$Q(t)$ = Energie libérée par effet Joule dans le ruban d'aluminium

on obtient un systéme linéaire de 2 équations différentielles du 1er ordre à coefficients constants.

Les solutions du systéme sans second membre sont de la forme

$T = G \exp(rt)$

$T' = G' \exp(rt)$

En posant $c = \rho\, c\, v$

$c' = \rho'\, c'\, v'$

on obtient :

$$r = \frac{-s\,(h+h')\,(c+c') \pm s\,h'(c+c')\sqrt{1 + \frac{2h}{h'}\left(\frac{c-c'}{c+c'}\right)^2 + \frac{h^2}{h'^2}\left(\frac{c-c'}{c+c'}\right)^2}}{2\,c\,c'}$$

et comme h est faible par rapport à h' il est légitime de se limiter à un développement du 1er ordre suivant les puissances de $\frac{h}{h'}$

Dans ces conditions on peut écrire

$$r_1 \simeq -\frac{2s\,h}{c+c'}$$

$$r_2 \simeq -\frac{s\,(c+c')}{c\,c'}\left(h' + h\,\frac{c^2 + c'^2}{(c+c')^2}\right) \simeq -\frac{s\,(c+c')\,h'}{c\,c'}$$

$$\frac{r_1}{r_2} = \frac{2h}{h'}\,\frac{c\,c'}{(c+c')^2} \qquad \text{comme} \quad h' \gg h \quad c' \leq c \quad \frac{r_1}{r_2} \ll 1$$

et $T = \lambda_1(t)e^{-r_1 t} + \lambda_2(t)e^{-r_2 t} + \Phi(t)$ (6

Le coefficient d'échange h est obtenu par l'étude du régime permanent . Dans ce cas :

$T = T' \times (1 + h/h')$ et $Q = s\,h \times \frac{2 + h/h'}{1 + h/h'} \simeq 2\,s\,h$ car $h/h' \ll 1$

Pour déterminer les caractéristiques du revêtement ρ', c', v' et h' nous allons faire successivement deux expériences dans des conditions telles que l'on puisse négliger dans l'une la variation du terme exp $(-r_1 t)$ et dans l'autre celle du terme $(-r_2 t)$

A cet effet , on établit d'abord un courant constant (αI^2) dans le ruban support . h est de l'ordre de 25 watts/m^2 : convection naturelle
5 watts/m^2 : vide primaire(10^{-3}Torr)
h' étant beaucoup plus grand ($\geq 10^4$), au bout d'un temps trés court le terme $c_2 \exp(-r_2 t)$ est nul .

On a vu que dans ce cas l'évolution des températures était définie par :

$$T - T_a = \frac{\dot{I}^2 (1 + \alpha T_a)}{2 h \sigma e l^2 - \dot{I}^2} \left[1 - \exp\left(\frac{2 h - \frac{\alpha \dot{I}^2}{\sigma e l^2}}{\rho c e + \rho' c' e'} \right) \right] \quad (7)$$

soit avec les notations du chapitre I -3.4. :

$$T - T_a = \frac{A}{\bar{m}^2} \left(1 - \exp(-t/\bar{\tau}) \right) \quad (8)$$

avec : $\bar{\tau} = \frac{L^2}{a' \bar{m}^2}$ et $a' = \frac{k}{\rho c + \rho' c' \frac{e'}{e}}$ (9)

ou k est la conductivité thermique de l'aluminium et 2L la longueur du ruban.

Le ruban est recouvert sur une de ses faces par le revêtement qui a donc même longueur 2L et même largeur l . Seule l'épaisseur e' différe de e.

En étudiant le régime asymptotique selon la méthode exposée aux § I -3.6.1. et I -3.4. on en déduit la valeur de $\bar{m}$, puis en étudiant le régime transitoire à partir de la mesure du temps $t_{10\%} = 2{,}3\,\bar{\tau}$ au bout duquel

la fonction a atteint 90 % de sa valeur asymptotique , on détermine $\bar{\tau}$, d'où l'on déduit les valeurs de a' et de ρ' c' e'

Dans la deuxième expérience on réalise un choc thermique en faisant passer dans l'éprouvette un courant intense pendant le temps trés court (1/1000 s.) qui correspond au temps de fusion d'une lamelle fusible.

Dans ce cas on obtient une approximation suffisante en intégrant le systéme (5) dans lequel on néglige h devant h'.

Ce systéme devient alors :

$$\begin{aligned} &\frac{dT}{dt} + \frac{s\,h'\,T}{\rho\,c\,v} - \frac{s\,h'\,T'}{\rho\,c\,v} = \frac{Q\,(t)}{\rho\,c\,v} \\ &\frac{dT'}{dt} + \frac{s\,h'\,T'}{\rho'c'v'} - \frac{s\,h'\,T}{\rho'\,c'v'} = o \end{aligned} \qquad \text{or} \quad \left| \begin{aligned} v &= 2\,e \times l \times L \\ s &= 2L \times l \\ v' &= 2\,e' \times l \times L \end{aligned} \right.$$

$$\Longrightarrow \left| \begin{aligned} &\frac{dT}{dt} + \frac{h'T}{\rho c\,e} - \frac{h'\,T'}{\rho c\,e} = \frac{Q\,(t)}{2\rho c\,e\,l\,L} \\ &\frac{dT'}{dt} + \frac{h'T'}{\rho'c'e'} - \frac{h'\,T}{\rho'c'e'} = o \end{aligned} \right. \qquad (10)$$

soit en posant $p = \frac{h'}{\rho c\,e}$, $q = \frac{h'}{\rho'c'e'}$

$$\left| \begin{aligned} &\frac{dT}{dt} + p\,T - p\,T' = \frac{Q(t)}{2\rho c\,e\,l\,L} = q(t) \\ &\frac{dT'}{dt} + q\,T' - q\,T = o \end{aligned} \right.$$

Le systéme sans 2ième membre admet les solutions :

$$\left| \begin{aligned} T &= c_1 + c_2 \exp\left(-(p+q)t\right) \\ T' &= c_1 - \frac{q}{p}\,c_2 \exp\left(-(p+q)t\right) \end{aligned} \right. \qquad (11)$$

On obtient ensuite : $c_1 = \frac{q}{p+q} \int^t q(\tau)\,d\tau$

et

$$c_2 = \frac{p}{p+q} \int^t q(\tau)\ \exp\left((p+q)\,\tau\right) d\tau$$

D'ou

$$T = \frac{1}{\rho c\,e + \rho'c'e'} \times \frac{1}{2lL} \int_o^{t_1} Q\,(\tau)\ d\tau \qquad (12)$$

$$+ \frac{\rho'c'e' \cdot \exp -h'\left(\frac{1}{\rho ce} + \frac{1}{\rho'c'e'}\right)t}{\rho c\,e\,(\rho ce + \rho'c'e') \cdot 2lL} \int_o^{t_1} Q(\tau) \exp h'\left(\frac{1}{\rho ce} + \frac{1}{\rho'c'e'}\right) d\tau$$

On connait $\int_0^{t_1} Q(\tau)\, d\tau$: on détermine l'intensité qui traverse le ruban support en enregistrant la tension aux bornes d'une résistance étalon de 1/1000 Ω placée en série avec le ruban .

On enregistre également la tension aux bornes de ce ruban avec un oscilloscope , ce qui permet de calculer la puissance fournie

$$\int_0^t Q(\tau)\, d\tau = \int_0^t v(\tau)\, \dot{I}(\tau)\, d\tau$$

La température T au temps t_1 est calculée à partir du déséquilibre du pont de Wheastone : La quantité $K = \frac{1}{\quad} + \frac{1}{\quad}$ a été déterminée dans l'expérience précédente .

On a donc à résoudre une équation de la forme :

$$\exp(-K h' t) \int_0^t Q(\tau) \exp(K h' \tau)\, d\tau = D = \text{constante} .$$

Si l'on effectue le changement de variable $\tau = t_1 - u$

$$(13) \quad \int_0^{t_1} Q(t_1-u) \exp(-K h' u)\, du = D$$

h' est l'inconnue
$Q(t_1-u)$ est une fonction connue numériquement
D est une constante calculée à partir de $T, K, \int_0^{t_1} Q(\tau)\, dt$

Pour résoudre cette équation on peut en première approximation assimiler la courbe $Q(t_1-u)$ à une droite d'équation $A + Bu$. On obtient alors :

$$\int_0^{t_1} (A+Bu) \exp(-K h' u)\, du = \frac{1}{Kh'}\left(A + \frac{B}{Kh'}\right) - \left(A + Bt_1 - \frac{B}{Kh'}\right) \exp(-Kh't) = D$$

que l'on résout en cherchant graphiquement l'intersection de la courbe $\exp(-Kh't_1)$ avec la courbe $f(h') = \dfrac{-Kh'D + A + B/Kh'}{A+Bt - B/Kh'}$

I - 4.4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Plusieurs expériences de détermination de la capacité calorifique d'un ruban nu ont d'abord été effectuées pour tester la méthode.

Ainsi la chaleur volumique γ d'un même ruban d'aluminium a été calculée à partir :

-des caractéristiques thermophysiques de l'aluminium fournies par les tables
-du temps de réponse thermique du ruban soumis à un échelon de courant
-de la mesure de la quantité d'énergie libérée dans le ruban pendant un choc thermique (impulsion d'énergie)

Les résultats obtenus par ces trois méthodes différentes étaient égaux à moins de 10 % prés.

On a donc cherché à déterminer h' pour des rubans revêtus de revêtements de constitution différente .

Nous avons effectué une série d'expériences avec plusieurs rubans revêtus de revêtements d'épaisseur et de composition différentes ainsi que de nature : revêtements monogranulaires, multicouches , composés de cristaux de dimensions variables : ZnS cdS (Mn Au) : $< 10\,\mu$

ZnS (Cu) $\sim 25\,\mu$

On constate que dans tous ces cas, à la précision de nos mesures prés , le revêtement a acquis la température du ruban support au bout du temps t_c égal à environ 1 ms dans ces expériences. En effet l'égalité : Energie électrique libérée pendant le choc $W = (\rho c\, v\, \Delta T + \rho'\, c'v'\Delta'T) = (\rho cv + \rho'c'v')\Delta T$

ou ΔT est l'élévation de température moyenne du ruban support
$\Delta'T$ est l'élévation de température moyenne du revêtement

est satisfaite.

Dans le cas contraire on aurait $\Delta'T < \Delta T$ et $W < (\rho cv + \rho'c'v')\Delta T$

Les photos a,b,c et d représentent les oscillogrammes obtenus au cours de deux séries d'expériences . Les photos (a) et (c) représentent l'évolution de température moyenne d'un ruban support d'un revêtement soumis à un échelon de courant . Elle permettra de déterminer la capacité calorifique du revêtement à partir de celle de son support .

Sur les photos b et d représentant les oscillogrammes obtenus avec un graphe à 4 voies , il y a trois courbes qui ont été enregistrées pendant un choc thermique réalisé avec un fusible .

Ici, l'emploi du fusible est préférable à celui du condensateur car il permet une meilleure précision sur la détermination de l'énergie libérée pendant l'impulsion et permet de régler facilement la durée t_c de l'impulsion.

Les deux premières courbes représentent respectivement les enregistrements des tensions aux bornes du ruban support et aux bornes d'une résistance étalon de 1/1000 d'ohm placée en série avec ce ruban. Elles permettent de calculer l'énergie libérée dans le ruban : $Q = \int_0^{t_c} \ldots$

($t_c = 0,9 \times 10^{-3}$ s)

La courbe décalée vers la droite est l'enregistrement du déséquilibre du pont immédiatement aprés l'impulsion et elle permettra de calculer la température moyenne du ruban support immédiatement consécutive au choc thermique.

A titre d'exemple , nous avons reproduit en annexe III , le dépouillement complet de l'expérience correspondant aux photos (a) et (b). on remarque que l'enregistrement de la tension aux bornes du ruban est inversé sur la photo (b) par rapport au même enregistrement de la photo (d) .

Cette disposition permet en effet d'éviter une confusion entre les enregistrements de la tension et du courant .

-:-

- II - PROBLEMES OPTIQUES -

-:-

II - 0. RAPPELS RELATIFS A LA LUMINESCENCE DES SOLIDES DU TYPE ZnS [14]

II -0.1. DEFINITIONS GENERALES

Le terme général de luminescence désigne toute émission lumineuse dont l'origine n'a pas un caractère purement thermique . Nous nous bornerons à rappeler quelques résultats relatifs à la photoluminescence qui correspond à l'absorbtion de photons de basse énergie (300 à 400 m μ) dans les cristaux que l'on désigne sous le nom de "phosphores conventionnels" tels que les sulfures de zinc ou de cadmium activés par le cuivre , l'argent ou l'or : ZnS(Cu) , ZnS(Ag) ou des produits d'une structure plus complexe tels que ZnS Cds(Mn Au) et ZnS Cds (Cu)

II -0.2. MECANIQUE DE LA LUMINESCENCE CRISTALLINE

II -0.2.1. Fluorescence et phosphorescence

Sous l'influence de l'excitation le systéme passe d'un niveau de base f à un niveau excité e . Il y a fluorescence si le retour au niveau de base s'effectue spontanément avec émission lumineuse en un temps t qui est de l'ordre de 10^{-5}s pour ZnS(Cu) . Il y a phosphorescence si l'émission se produit avec l'intervention d'un niveau métastable m suivi par le retour à l'état excité e du à un apport d'énergie E (fig. a et b)

Si l'énergie E , que l'on appelle profondeur de piège est fournie par l'activation thermique on peut écrire $p = \frac{1}{\tau} = s \exp\left(\frac{E}{kT}\right)$ en désignant par :

p la probabilité , rapportée à l'unité de temps de libération de l'électron à la profondeur E ,

τ la durée moyenne des électrons dans ce piège ,

s un coefficient qui dépend du sulfure et éventuellement de T
K la constante de Boltzman $\left(8,69 \times 10^{-5} \text{ e V } (K)^{-1}\right)$
et par T la température absolue du cristal .

On appelle rendement de la luminescence le rapport $\eta_q = \frac{p_r}{p_r + p_{n_r}}$

ou p_r désigne la probabilité de transition radiative , indépendante de la température et p_{n_r} la probabilité de transition non radiative due à la désexcitation du cristal par suite de l'agitation thermique . p_{n_r} dépend donc de la température .

II -0.2.2. Modéle de Riehl Schön et Klasens (fig. c)

A l'état pur les cristaux des phosphores conventionnels ne sont pas luminescents , la luminescence est due à l'addition d'un luminogène ou activateur sous forme de traces d'impuretés(1 à 1000 pcm) : cuivre, manganèse , or bismuth . Par contre la présence de certains métaux Fe, Ni, Co , a un effet trés néfaste sur le rendement de la luminescence . Ces métaux sont appelés "poisons" .

D'autre part, dans certains cas, des défauts du réseau cristallin fournissent des niveaux localisés analogues à ceux des impuretés.

On a introduit deux sortes d'états mis en jeu dans la luminescence
-les centres luminogénes proches de la bande de valence , qui contiennent les niveaux responsables du spectre d'émission luminescente,
-les piéges à électrons proches de la bande de conduction , responsables de la phosphorescence c'est à dire de la persistance de l'émission aprés cessation de l'excitation.

Enfin les phosphores conventionnels sont photo-conducteurs . En effet l'excitation élève jusque dans la bande de conduction du cristal les électrons des centres luminogénes ou de la bande de valence .

L'émission lumineuse se produit quand un électron de la bande de conduction est capturé par un centre vide .

II -0.2.3. Spectres d'absorbtion et d'émission des sulfures du type ZnS

Les spectres de luminescence différent des spectres atomiques par

les points suivants :

-on observe au lieu de raies , des bandes d'une largeur à 1/2 hauteur de quelques centaines d'angstrœms

-la radiation émise est déplacée vers les plus grandes longueurs d'onde par rapport à la radiation absorbée -loi de Stoke- . Mais il peut y avoir un recouvrement partiel des spectres d'absorption et d'émission.

Pour les sulfures ZnS (Cu, Ag ou Au) la majeure partie des spectres d'émission sans excitation ultraviolette (UV) est située dans le visible.

A des températures pas trop élevées ces spectres peuvent se décomposer en une ou plusieurs bandes , une bleue et une verte pour les activateurs Cu, Ag ou Au (fig. d) d'allure pratiquement gaussienne.

Une élévation de température fait croître la largeur des bandes largeur qui reste finie pour T = 0°K . Elle ne déplace pas leur position mais elle a une influence trés marquée sur la luminescence .

II - 0.2.4. Extinction thermique (Thermal Quenching)(Fig. e)

Pour toute bande d'émission il existe une température de décroissance T_D au delà de laquelle la luminance décroit jusqu'à extinction complète. La valeur de T_D qui correspond aux grandes longueurs d'onde est supérieure à celle qui correspond aux courtes longueurs d'onde .

L'extinction thermique intervient par exemple pour le ZnS (Cu) prés de 150° plus haut pour la bande verte que pour la bande bleue.

Ce phénomène est dû en particulier à l'importance croissante des transitions non radiatives qui abaissent le rendement de la luminescence.

D'autre part, selon la théorie de Schön Klasens, à partir d'une certaine température l'activation thermique amène des électrons de la bande de valence à occuper des centres vidés par excitation : l'électron excité ne peut plus se recombiner avec le centre et il se recombine avec le trou selon une transition non radiative.

Les radiations infra-rouges ont un effet d'extinction analogue mais le spectre d'extinction infra-rouge reste le même pour les bandes bleues et vertes du ZnS (Cu)

II -0.2.5. stimulation thermique et optique

Un rayonnement infra-rouge peut conduire à la libération d'élec-

trons piéges : l'émission lumineuse est alors momentanément stimulée ensuite l'effet d'extinction (Quenching) entre en compétition avec la stimulation , d'autant plus que les rayonnements qui sont spécifiquement actifs dans la stimulation produisent les effets d'extinction maximaux (fig. f)

Une élévation brutale de température (choc thermique) provoque des effets analogues aussi par un mécanisme de vidage des électrons piégés. Mais dans ce cas on n'a pas obligatoirement une extinction thermique consécutive et on peut avoir les trois cas représentés sur la figure g : extinction, pas d'extinction , accroissement de la luminescence .

Ces trois cas ont été obtenus pour un ZnS (Cu) à diverses températures. A haute température on peut ajouter un 4ième cas dans lequel seul subsiste l'effet d'extinction et ou la stimulation est pratiquement inexistante.

II -0.3. APPLICATION A LA MESURE DES TEMPERATURES DE SURFACE

II -0.3.1. Méthode de couleur [1] (Fig a)

Elle utilise une poudre de microcristaux déposés sous forme de mince revêtement de ZnS cdS (Mn Au) dont le spectre se compose d'une bande verte et d'une bande orange. La bande verte s'éteint plus vite mais chaque bande reste centrée sur 530 mμ (vert)

580 mμ (orange)

Le spectre global se déforme , les cristaux changent de couleur. On définit un paramètre théorique $c_t = \frac{L(\lambda_2)}{L(\lambda_1)} = c_t(\lambda_2 \lambda_1)$

avec $\lambda_1 = 530\ m\mu$

$\lambda_2 = 580\ m\mu$

ou $L(\lambda)$ est la luminescence monochromatique pour la longueur d'onde λ

Pratiquement les deux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 sont fixées par des filtres interférentiels et le paramètre mesuré : c_m est le quotient de deux déviations galvanométriques : $c_m = \frac{d_2}{d_1}$ correspondant aux deux courants photoélectriques relatifs aux faisceaux lumineux issus des deux filtres et reçus alternativement sur la cathode d'un même photomultiplicateur

II -0.3.2. Méthode de phosphorescence (2)

On excite un revêtement mince de microcristaux de ZnS(Cu) nS CdS(Cu) ou ZnS (Ag) par un rayonnement ultraviolet f(t) modulé en intensité. On obtient une émission g(t) modulée à la même fréquence dont le taux de modulation : p(T) égal au rapport de la valeur efficace de la composante alternative de g(t) à la valeur moyenne de g(t) , ainsi que déphasage retard $\Psi(T)$ par rapport à f(t) dépendent de la température.

p(T) et $\Psi(T)$ présentent dans le cas ou la substance a plusieurs groupes de pièges une succession d'extrema (un minimum de p(T) correspond à un maximum de $\Psi(T)$)

Il faut donc des substances possédant de nombreux pièges répartis en un petit nombre de groupes bien séparés et telles que dans leur domaine d'utilisation en température les rapports $\frac{dp}{pdT}$ ou $\frac{d\Psi}{\Psi dT}$ soient suffisamment grands.

Actuellement on se limite à la mesure de p et le rayonnement excitateur f(t) est un rayonnement sinusoïdal modulé à 100 Hertz . Si Puv est le taux de modulation de l'excitation f(t) alors $p(T) < Puv$

II - 1. ETUDE EXPERIMENTALE DE LA STRUCTURE DES COUCHES MINCES LUMIN

La structure des couches minces utilisées pour produire le signal analysé intervenant dans les résultats, il est nécessaire de la définir aussi exactement que possible.

A cet effet, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage. Ce type d'appareil étant encore peu répandu en France, nous en donnons une description en rappelant brièvement les phénomènes physiques qui ont justifié sa réalisation.

II - 1.1. DESCRIPTION DE L'APPAREIL (S.E.M) ET MODE DE FONCTIONNEMENT [15]

Le principe de base consiste à focaliser finement un faisceau d'électrons sur la surface du spécimen et à enregistrer le courant émis en tant que fonction de la position du faisceau incident .

Le microscope comprend trois groupes de composants (fig. a)

1) La colonne optique et l'électronique associée
2) Le systéme à vide
3) L'ensemble de détection du signal et les systémes de visualisation .

La colonne optique est constituée par :

-un canon à électrons
-trois ou quatre lentilles électromagnétiques dont le rôle est de diminuer le diamétre du faisceau pour obtenir finalement une tache de 250 A° sur le spécimen .
-deux bobines magnétiques de balayage qui infléchissent le faisceau comme dans un tube de télévision
-une série de diaphragmes
-un "astigmat" = paires de bobines destinées à éliminer l'astigmatisme
-une paire de bobines de modulation.

Le faisceau primaire réagit sur le spécimen pour donner, parmi d'autres effets :

a) une émission secondaire d'électrons
b) un courant d'électrons réfléchis
c) une conduction induite par le faisceau
d) souvent de la cathodoluminescence

Si l'on utilise les phénomènes a et b l'appareil travaille en "mode émissif
c " " " " " conductif
d " " " " " luminescent

chacun de ces signaux peut être détecté, amplifié et utilisé pour contrôler la brillance d'un tube à rayons cathodiques (CRT) . La position du spot sur le CRT est déterminée par le même générateur de balayage qui fixe la position du faisceau primaire sur la surface . Le signal de sortie de ce générateur est envoyé directement aux bobines de déflection du CRT de façon à avoir une dimension d'image constante sur le tube . Par contre seulement une fraction du signal de sortie est utilisée pour alimenter les bobines de déflection . Le faisceau primaire est moins dévié, donc la zone balayée sur le spécimen est plus petite : le rapport des aires donne le rapport d'agrandissement .

II -1.2. PHENOMENES PHYSIQUES A LA BASE DU FONCTIONNEMENT

On utilise un faisceau d'électrons, qui accélérés par un voltage de 1 à 50 KV et pénétrant dans le solide perdent la plus grande partie de leur énergie en conisant les atomes de ce solide .

On peut alors avoir :
- une réflexion des électrons primaires (aprés choc élastique ou inélastique avec les atomes proches de la surface)
- une émission secondaire d'électrons .

L'électron incident diffuse dans le spécimen perdant son énergie à chaque collision avec les atomes du spécimen et les ionisants (énergie d'ionisation 3 à 8 eV)

Les électrons éjectés , ont une énergie cinétique de l'ordre de celle de l'électron incident et on peut avoir ainsi un phénomène en cascade

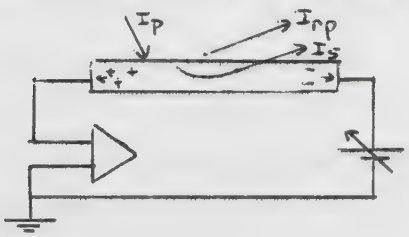
On forme ainsi , en quelque 10^{-10} s une masse d'électrons éjectés, grossièrement centrés sur le chemin de l'électron primaire initial et mélée à la masse des ions fixes laissés derrière par l'ionisation due à l'impact.

Les électrons secondaires diffusent et perdent graduellement leur énergie cinétique restante, principalement par chauffage du réseau. Certains des électrons secondaires formés relativement prés de la surface , peuvent diffuser vers elle en perdant leur énergie par ionisation des atomes du spécimen mais en gardant une énergie cinétique suffisante pour vaincre la barrière de potentiel à la surface (2 à 6 eV).

Si une électrode convenablement placée est chargée à un potentiel positif ces électrons secondaires seront drainés par ce collecteur pour donner un courant d'émission qui peut-être utilisé aprés amplification pour moduler l'intensité sur un CRT : c'est le mode d'opération en "émissif" du S.E.M. La majeure partie de ces électrons ne s'échappe pas mais diffuse dans le matériau. Il peut alors y avoir des recombinaisons avec les ions du plasma initial . Les électrons libérés en excés peuvent tomber dans des états inoccupés de ces ions. L'énergie libérée est émise sous forme de quanta d' énergie rayonnante.

Si l'électron libéré tombe sur un des niveaux externes on a émission d'un photon d'une énergie correspondant ou visible ou à l'infrarouge. Quand le quantum lumineux s'échappe du spécimen on appelle le phénomène cathodoluminescence . Si l'électron tombe sur un niveau interne il en résulte une émission caractéristique de rayons X.

Enfin, un processus qui se juxtapose avec le processus décrit ci-dessus est la conductivité induite par le faisceau. Le spécimen dans ce cas est supposé être un barreau de petite longueur d'un quelconque semiconducteur, relativement résistant, soumis à une polarisation si bien qu'un champ électrique existe dans le spécimen . Le faisceau électronique crée un grand nombre d'électrons et d'ions ou paires d'électrons-trous. Le champ sépare ces charges ce qui se traduit par un courant interne équilibré par un courant externe qui peut être étudié en fonction de la position du faisceau électronique



excitateur sur la surface . Cet effet peut-être décrit comme un courant "collecteur de charges" 10^3 $\dot{I}p$ dans le circuit du spécimen . C'est le mode de travail conductif .

Enfin, il y a une autre cause de circulation du courant . Si $\dot{I}p$ est l'intensité du faisceau primaire frappant l'échantillon $\dot{I}rp$ le courant issu du spécimen par suite de la réflexion des électrons , $\dot{I}_s$ le courant secondaire, en général $\dot{I}p - \dot{I}rp - \dot{I}_s - o$ si bien que le spécimen se charge . Cela entraine un courant dans le circuit pour maintenir la neutralité électrique . Ce courant de neutralité ou courant absorbé par le spécimen cesse quand on approche de la neutralité .

En général il est d'environ $\dot{I}p/_2$, petit vis à vis du courant collecteur de charges et n'est détectable que dans les spécimens ne contenant pas de jonction p n : par exemple les spécimens métalliques .

II -1.3. <u>APPLICATION : ETUDE DE LA GRANULOMETRIE DES POUDRES PHOSPHORESCENTES</u> :

Nous avons employé l'appareil suivant le mode d'opération en émissif utilisé topographiquement, c'est à dire en microscope uniquement . On s'est donc servi de l'émission qui résulte lorsque le spécimen est bombardé par un faisceau électronique finement localisé pour obtenir des informations sur la topographie de la surface . Cette émission comprend les électrons réfléchis et les électrons secondaires . Ils sont recueillis par une cage de Faraday , excitent le matériau d'un scintillateur recouvert d'une mince couche d'aluminium portée à un potentiel de 10 KV et les photons émis sont conduits par un guide de lumière à un P.M dont le courant module le C.R.T.

Les caractéristiques de l'appareil sont bien supérieures à celles d'un microscope optique .

Pour notre étude des cristaux , le microscope optique ne convenait pas par suite de sa trop faible profondeur de champ. Nous avons donc effectué des photographies avec le S.E.M des différentes sortes de poudres luminescentes utilisées . Initialement on employait pour leur collage sur le support la résine rhodorsil diluée dans du toluène , résine isolante utilisée dans la composition des revêtements . Il y avait alors charge des cristaux ce qui se traduisait par une moins bonne qualité dés images (moins de contraste , décrochements) que celles obtenues en collant la poudre sur le

porte échantillon avec une peinture conductrice à l'argent.

Résultats des observations

1) ZnS CdS (Mn Au)

On a effectué une photographie de lamelle d'aluminium recouverte de cristaux de ZnS CdS (Mn Au) décantés (ce qui élimine tous les cristaux de dimension moyenne $\geq$ 10 microns) et déjà utilisée pour la détermination de temps de réponse . On constate que la dimension moyenne des cristaux est comprise entre 1 et 9 microns , la moyenne étant de 3 à 4 microns (photos a et b)

Puis nous avons photographié la poudre de ZnS CdS (Mn Au) non tamisée . La dimension moyenne des cristaux est trés variable , de 1 à 100 microns. Certains cristaux sont allongés , d'autres sont réunis en agglomérats de plusieurs dizaines de microns (photos c et d)

La séparation à partir de la poudre précédente,au moyen de tamis, d'un lot de cristaux de dimension moyenne comprise entre 25 et 40 μ a montré que 80 % de la poudre passait au travers du tamis de 25 μ de dimension de maille et que la médiane se situait autour de 10 microns.

2) ZnS (Ag) en poudre

La granulométrie est beaucoup plus régulière que pour le ZnS Cds (Mn Au) La dimension moyenne des cristaux est comprise entre 1 et 12 microns la moyenne étant d'environ 6 à 7 microns.

3) ZnS (Cu)

On a une granulométrie assez régulière , la dimension moyenne des cristaux est comprise entre 10 et 40 microns, la moyenne étant de 20 à 25 microns . On remarquera la forme "arrondie" des cristaux et leurs facettes par lesquelles ils sont quelquefois réunis. On distingue aussi, aux forts grossissements des espèces d'écailles à la surface des cristaux(photos e et f)

4) ZnS (Cu)

La granulométrie est semblable à celle de la première fabrication de 12 à 55 microns, moyenne 25-30 . On retrouve la forme arrondie et les facettes des cristaux (photos g, h, i)

5) ZnS CdS (Cu)

La granulométrie est elle aussi assez régulière : 20 à 50 microns, moyenne 25 microns . On remarque ici les seuls cristaux observés ayant des formes géomètriques (hexagone, sphére) (photos : j, k, l, m, n, et o)

6) ZnS (Cu) broyé

On introduit une masse de 17 grammes de produit dans le pot en porcelaine de 350 ml. d'un broyeur planétaire. Aprés un broyage de 30 mn. en présence de billes de 32 mm. de diamètre et dans 50 ml. d'eau distillée on obtient, aprés dessiccation, une poudre que l'on étudie au microscope.(photo p)

On constate que la plupart des cristaux ont été totalement détruits pour donner des éclats délités . Ces éclats ne sont plus luminescents . En effet si on sépare les cristaux non détruits des éclats par sédimentation la poudre obtenue ne présente plus de luminescence.

L'examen au microscope optique en lumière polarisée permet de distinguer les plans réticulaires , les cristaux présentent alors un aspect plus ou moins géomètrique.

En définitive les cristaux micro-luminescents utilisés ont une granulométrie moyenne variable de 4 à 30 microns. Leurs formes sont arrondies et ils se présentent sous la forme de blocs compacts dont la surface peut présenter des facettes .

Ils sont d'autre part friables (on les broie facilement dans un mortier) et ils perdent leurs propriétés luminescentes par broyage mécanique car ce broyage les fait éclater , détruit la structure cristalline et par là les centres luminogènes.

Si l'on veut effectuer des revêtements homogènes avec ces cristaux il faut donc les utiliser sous la forme où ils sont livrés et les tamiser pour avoir des grains de grosseur comparable. Des contraintes mécaniques , en en faisant éclater certains , diminuent le rendement lumineux d'un revêtement car les cristaux détruits perdent seulement leur luminescence .

II - 2. DETERMINATION EXPERIMENTALE DES CARACTERISTIQUES DES SOURCES D'EXCITATION

Aprés avoir étudié la structure de l'élément détecteur , il nous faut déterminer les caractéristiques des sources d'excitation, qui engendreront le signal à analyser.

Nous avons en particulier déterminé l'intensité énergétique , la répartition spectrale et spatiale du rayonnement qu'elles émettent.

II - 2.1. DESCRIPTION DES SOURCES DE RAYONNEMENT ULTRAVIOLET EXCITATEUR :

Répartition spectrale et spatiale du rayonnement émis :

Nous disposions de deux sources d'excitation , la première fournit un rayonnement ultraviolet (UV) continu , l'autre un rayonnement UV sinusoïdal.

La source à rayonnement modulé étant donné son faible encombrement est utilisée dans les méthodes de couleur et de phosphorescence . Elle est constituée par :

-une lampe à vapeur de mercure (lampe spectrale Philips N° 93136) alimentée par le courant alternatif du secteur à travers un transformateur à dispersion. L'arc s'éteint à chaque période et le rayonnement est donc modulé à 100 Hertz.

-un volet mobile d'obturation du faisceau lumineux

-un verre de Wood de 3 mm. d'épaisseur qui ne transmet pratiquement que les raies 365-366 mμ du mercure. La figure -a- représente la variation avec la longueur d'onde de son coefficient de transmission (fabriquant Schott, représenté par Jarre Jacquin)

-une lentille convergente en verre, fixe, accolée au verre de Wood. La source lumineuse est située sensiblement au foyer de la lentille.
Aprés un temps de mise en régime thermique d'environ 20 mn. cette lampe a un fonctionnement trés stable.

La courbe de la figure -b- représente la répartition spectrale du rayonnement de cette lampe.on observe deux maxima correspondant aux

deux raies caractéristiques de la vapeur de mercure. Le spectre du rayonnement excitateur comporte aussi une bande d'émission de longueur d'onde moyenne 7 microns mais d'intensité maximale inférieure à 1 % du maximum de la bande situé dans l'ultraviolet. En effet l'infrarouge est arrêté par le verre de la lentille focalisatrice du rayonnement.

La distance usuelle d'excitation d (distance entre le centre de la lentille et la zone éclairée)varie de 20 à 100 cm. L'éclairement de la zone éclairée est uniforme dans un domaine rectangulaire dont l'aire est fonction de la distance d . Pour d = 30 cm. l'aire du domaine d'éclairement uniforme est d'environ 10 cm^2, on a représenté sur la figure -c- courbe 1 , la variation de l'éclairement dans le domaine d'éclairement uniforme en fonction de la distance d . Une cellule Chauvin et Arnoux GC 4201 a servi à effectuer toutes les mesures d'éclairement.

La source d'excitation continue peut-être aussi utilisée pour la méthode de couleur , mais elle est surtout employée dans les expériences de détermination de la réponse optique des revêtements.

Elle comprend :

-une lampe à vapeur de mercure haute pression de 200 Watts (OSRAM HBO 200 N° 231) alimentée en continu par un redresseur.

-un verre de Wood de 3 mm. d'épaisseur,
-un ménisque convergent en verre ,

La répartition spectrale de cette lampe est analogue à celle de la précédente (fig. b)

Quant à l'éclairement produit par cette lampe , il n'est pas uniforme . Au point de convergence du faisceau UV à 30 cm. de la face avant du ménisque , on observe une tache éclairée circulaire d'environ 1 cm. de diamètre . La figure -d- représente la variation d'éclairement en fonction de la distance au centre de la tache .

Enfin, la courbe 2 de la figure -c- représente la variation du maximum d'éclairement de la zone illuminée en fonction de sa distance au centre de la lentille de la lampe excitatrice.

Pour faire varier l'intensité d'excitation on utilise un ensemble de deux paires de grilles constituées par un réseau grillagé à mailles rectangulaires , oxydé anodiquement. Les grilles sont disposées de telle façon que les réseaux relatifs à deux grilles identiques forment un angle de 45 ° entre eux.

Ces grilles sont interposées en nombre variable , sur le trajet du faisceau lumineux juste devant la lentille de la lampe excitatrice.

On peut ainsi obtenir les coefficients de transmission suivants : 1, 0.39 , $(0.39)^2 \simeq 0.152$, 0.526 , $(0.526)^2 \simeq 0.276$, 0.08 , 0.042 ,

On a vérifié que le coefficient de réflexion de ces grilles , était sensiblement nul et que l'intensité transmise restait la même quelque soit leur ordre d'interposition dans le faisceau ultraviolet.

II - 2.2. EVALUATION DE L'ECLAIREMENT D'UN REVETEMENT EXCITE PAR UNE SOURCE DE RAYONNEMENT UV

Principe :

On remplace la surface éclairée par un récepteur photosensible . Ce récepteur est, dans le cas présent, constitué par des jonctions métalliques montées en série et recouvertes d'une peinture absorbante (Minnesota 3 M Black Velvet Coating) qui s'échauffant sous l'action d'un rayonnement , délivrent une tension électrique proportionnelle à l'éclairement. Ce n'est pas un récepteur sélectif, ce qui permettra de l'étalonner et de faire des mesures au moyen et sur des rayonnements de spectre quelconque pourvu que la peinture absorbante se comporte comme un corps noir ou un corps gris de même coefficient d'absorption vis à vis des différentes longueurs d'ondes considérées.

Schéma de montage

Le récepteur est une thermopile Kipp et Zonen . Cette cellule est fournie par le constructeur associée à un réflecteur cylindro-conique en métal poli, et la sensibilité donnée pour cet ensemble est de 0,16 mV/mW.

Mais ce montage ne présentant pas une fidélité suffisante , le réflecteur a été enlevé et la cellule a été placée dans un cylindre en cuivre poli baigné par l'eau d'une enceinte isotherme qu'il traverse de part en part.

Un diaphragme circulaire de 9,7 mm. de diamètre , coulissant dans le cylindre, est placé devant la cellule et un écran parcouru par une circulation d'eau , permet d'isoler la cellule avant la mesure. Un étalonnage de cet ensemble était nécessaire. Dans ce but on a utilisé l'appareillage d'une manipulation destinée à la mesure des pouvoirs émissifs de plusieurs surfaces matérialisées par les parois d'un récipient cubique rempli d'eau à une température constante.

Un système de régulation par tout ou rien comprenant un thermomètre à mercure à contact et des résistances électriques associées à un agitateur permet d'obtenir une précision du dixième de degré .

Un banc optique sert de support à la source et au récepteur de rayonnement. L'ensemble est placé dans une enceinte recouverte d'une peinture noire identique à celle qui recouvre les thermocouples de la cellule , ce qui permet d'éliminer les réflections parasites.

Etalonnage de la cellule (figure a)

L'une des faces du cube est noircie à l'aide de la peinture précédente dont le pouvoir absorbant donné par le fabriquant est de 0,96 dans l'intervalle de longueur d'onde considéré (0,365 - 9 microns) Cette face est placée en regard de la cellule et l'eau du cube est maintenue à une température proche de la température d'ébullition. Du fait de la bonne conductivité du cuivre et du fort coefficient d'échange liquide - métal , on peut considérer que la température externe de la paroi est sensiblement égale à celle de l'eau remplissant l'enceinte cubique.

L'éclairement du récepteur photoélectrique diaphragmé par l'orifice de surface dS est : (appendice 4)

$$E = \frac{d\Phi}{dS} = \frac{\sigma\varepsilon}{\pi}(T^4 - T_o^4) \times \frac{4a}{\sqrt{a^2+D^2}} \text{ Arc tg } \frac{a}{\sqrt{a^2+D^2}}$$

avec σ = constante de Stefan = $5,675 \times 10^{-8}$ W/m^2 x(°K)^4 [16]

2a = arête du cube = 160 mm.

D = distance de la face du cube à la surface du récepteur = 560 mm.

T = Température absolue de la face du cube

T_o = Température absolue du récepteur = 294,4 °C

$\mathcal{E}$ = pouvoir émissif de la face du cube = 0,96

On a mesuré ainsi aux bornes de la cellule une tension de :

E_1 = 0,159 mV pour T = 362° K

E_2 = 0,115 mV pour T = 347° K

ce qui conduit à une sensibilité moyenne de la cellule (dS $\simeq$ 1 cm^2) associée à un diaphragme de 0,739 cm^2 de :

$$\mathcal{S} = 0{,}161 \text{ mV/m Watt}$$

soit $\mathcal{S} = 0{,}218$ mV/m Watt/cm^2 de cellule

On constate que les mesures sont reproductibles à mieux de 2 % prés et qu'il n'y a pas de dérivé du zéro.

Précision de la mesure

$$\frac{\Delta\Phi}{\Phi} \simeq \frac{\Delta\mathcal{E}}{\mathcal{E}} + \frac{\Delta(T^4 - T_o^4)}{T^4 - T_o^4} + 2\left(\frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta D}{D}\right)$$

car Arc tg x $\simeq$ x quand x est petit

$\Delta a = \Delta D = 10^{-3}$ m r $\simeq$ 10 mm

$\frac{\Delta\mathcal{E}}{\mathcal{E}} = 0{,}01$ $\Delta r \simeq 0.05$ mm

$T = 1/10 \longrightarrow \Delta(T^4 - T_o^4) < 4\Delta T\,(T^3 + T_o^3)$

donc $\frac{\Delta\Phi}{\Phi} = 0{,}086$, et comme

$\frac{\Delta(dS)}{dS} = 2\frac{\Delta r}{r} = 0{,}01$ et $\frac{\Delta(E)}{E} = 0{,}01$

$$\frac{\Delta\mathcal{S}}{\mathcal{S}} = 0{,}1$$

donc $\boxed{\mathcal{S} = 0{,}218 \pm 0{,}024 \text{ mV/m Watt/cm}^2}$

II - 2.3. EVALUATION DU FACTEUR D'ABSORPTION DE LA PEINTURE UTILISEE SUR L'ELEMENT THERMOSENSIBLE VIS A VIS DU PROCHE ULTRAVIOLET (366 mμ)

On utilise pour celà le photothermomètre en plaçant le porte filtre en position "UV" (ce qui correspond à l'interposition d'un verre de Wood de 7 mm. d'épaisseur sur le faisceau incident et un oscilloscope (1MΩd'impédance d'entrée) servant de charge au photomultiplicateur et de millivoltmètre.

On vise le centre de l'élément sensible éclairé sous incidence normale par la lampe UV à rayonnement modulé à 100 Hz la distance entre les centres respectifs de la face avant de la lentille de la lampe UV et de la cellule étant de 45,2 cm.

On effectue ainsi trois visées correspondant à des incidences α s'écartant de plus en plus de la normale, le photothermomètre restant toujours à la même distance du point visé de la cellule (18,5 cm)

On enregistre ainsi pour

$\alpha = 10°$ $\quad E_1 = 15$ mV
$\alpha = 45°$ $\quad E_2 = 14$ mV
$\alpha = 70°$ $\quad E_3 = 14$ mV

La surface de la cellule est donc à peu prés parfaitement diffusante pour la longueur d'onde 365 mμ et suit donc la loi de Lambert.

Puis on éclaire directement la lentille d'entrée du photothermomètre avec le faisceau UV , la distance entre les faces avant des deux lentilles étant de 45,2 + 18,5 = 63,7 cm.

L'interposition sur le faisceau d'une grille absorbante (incorporée au photothermomètre) permet d'éviter la saturation du P.M . On obtient ainsi une tension équivalente (calculée à partir du coefficient d'absorption de la grille) de 144 V.

L'angle solide sur lequel on voit du centre de la cellule thermosensible la lentille d'entrée du photothermomètre est $\Omega = 2\pi(1-\cos\alpha)$ avec

$$\cos\alpha = \frac{d}{\sqrt{r^2+d^2}} = \frac{1}{\sqrt{1+\frac{r^2}{d^2}}} \simeq 1 - \frac{1}{2}\frac{r^2}{d^2} + o\left(\frac{r}{d}\right)^4$$

et $\begin{cases} r = 1,3 \text{ cm.} & = \text{rayon de la lentille d'entrée du photothermomètre} \\ d = 18,5 \text{cm.} & = \text{distance de la face avant de cette lentille au centre de la cellule.} \end{cases}$

Le flux total rayonné par la surface de la cellule l'est dans un demi espace soit 2π stéradians ce qui correspondrait à :

$$\frac{2\pi}{\Omega} \times 14 \times 10^{-3} = 5,66 \text{ volts sur l'écran de l'oscilloscope.}$$

La fraction réfléchie r est donc égale à $5,66/144 \simeq 4\ \%$ de la fraction reçue et le pouvoir absorbant ; a de la surface de la cellule vis à vis de la longueur d'onde 366 mμ est de 96 % , ce qui correspond bien à la valeur annoncée par le fabriquant.

Calcul d'erreur

$$\frac{\Delta\Omega}{\Omega} = \frac{\Delta\left(2\pi(1-\cos\alpha)\right)}{\Omega} = \Delta\left(\frac{r^2}{d^2}\right)\Big/\left(\frac{r^2}{d^2}\right) = 2\left(\frac{\Delta r}{r} + \frac{\Delta d}{d}\right) \simeq 0.02$$

$E_1 = 14$ mv $\qquad \Delta E_1 = 1$ mv

$E_2 = 144$ volts $\qquad \Delta E_2 = 8$ volts

$$r = \frac{E_1}{\Omega E_2} \Rightarrow \frac{\Delta r}{r} \leqslant \frac{\Delta E_1}{E_1} + \frac{\Delta E_2}{E_2} + \frac{\Delta\Omega}{\Omega} \leqslant 0,146$$

Donc :

$r = 0,04 \pm 0,006$

et $\boxed{a = 0,96 \pm 0,006}$

La mesure directe du coefficient d'absorption de la peinture pour la longueur d'onde 9 microns n'a pas été effectuée. On adoptera la valeur du fabriquant avec d'autant plus de confiance qu'il est relativement facile de réaliser un corps noir pour ces longueurs d'onde et que la peinture utilisée est destinée principalement à des applications dans l'infrarouge.

II - 2. 4. EVALUATION DE L'ECLAIREMENT CORRESPONDANT à $\mathcal{U} = 1$ (Fig. 1)

$\mathcal{U} = 1$ sera par définition l'éclairement moyen UV produit par la lampe à rayonnement modulé parcourue par un courant de 0,8 A , sur une surface perpendiculaire au faisceau située à 30 cm. du centre de la face avant de la lentille convergente de cette lampe , aprés 30 minutes de mise en régime.

Par différence entre les mesures effectuées avec et sans interposition du volet mobile d'obturation du fasceau lumineux on obtient

$$E_{\mathcal{U}=1} = 3.7 \times 10^{-4} \quad \text{Watt/cm}^2$$

Dans les conditions de la mesure le rayonnement parasite dû à l'émission des parties chaudes de la lampe est de l'ordre de 4×10^{-4} Watt/cm^2 C'est la valeur enregistrée "volet fermé"

II - 2. 5. ECHAUFFEMENT MAXIMAL D'UN RUBAN QUI ABSORBERAIT TOTALEMENT LE RAYONNEMENT CORRESPONDANT à $\mathcal{U} = 1$

On supposera que le flux est reçu uniformément sur l'une des deux faces du ruban. On a vu au paragraphe I-3.6.1. que le coefficient de convection naturelle s'annulait avec ΔT mais que prés de l'origine la courbe $\bar{H}(\Delta T)$ avait une trés grande pente . On l'assimilera à une droite de pente 10 W/m^2/°C . Donc $H \simeq 10\ \Delta T$ pour $\Delta T < 2°$

$$\text{Si } \Phi = 3.7\ 10^{-4} \text{ W/cm}^2 \qquad \Phi = 2H \times \Delta T$$

$$\text{et } (\Delta T)^2 = \frac{3,7}{20} \qquad \Delta T < 0,5 \text{ °C}$$

ΔT est donc faible devant l'amplitude des chocs thermiques réalisés (20°C)

Dans le calcul précédent, on n'a pas tenu compte du facteur de réflexion du revêtement ($r > 0.7$) et du ruban d'aluminium . En réalité l'élévation de température due au rayonnement excitateur est bien inférieure à la valeur calculée ci-dessus, d'autant plus que le ruban n'est éclairé que sur une petite partie de sa surface et que cette partie se refroidit par conduction longitudinale. Cet échauffement du ruban n'a pu être mis en évidence avec l'une ou l'autre des sources d'excitation UV : il se traduit par une élévation de température moyenne du ruban inférieure à la limite de sensibilité du pont : 0,2 °C .

II - 3. ETUDE DU TEMPS DE REPONSE OPTIQUE DES REVETEMENTS M SULFURES LUMINESCENTS SOUMIS A UN CHOC THERMIQUE

II - 3.1. DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

L'appareillage utilisé dans l'étude du temps de réponse optique comprend :

-le dispositif électrique décrit au chap. I -1. destiné à produire le choc thermique dans le ruban

-une enceinte parallélépipédique étanche , renfermant le ruban et ses supports (photo I -3.6.1 b)

-une lampe excitatrice, décrite au chapitre précédent, fournissant le rayonnement UV excitateur. Ce rayonnement est concentré sur la partie centrale du revêtement à travers une feuille de rhodoïd transparent constituant une des faces de l'enceinte.

-un appareil d'analyse , utilisé dans les méthodes de couleur et de phosphorescence , qui a pour rôle :

  -de délimiter la partie de revêtement examinée
  -de filtrer l'émission lumineuse en provenance du revêtement
  -de transformer l'énergie lumineuse issue des filtres en signal électrique au moyen d'un photomultiplicateur

-une alimentation stabilisée du photomultiplicateur,

-un oscilloscope muni d'un tiroir à deux voies dont l'une est affectée à la mesure de la tension de déséquilibre du pont de Wheastone (signal thermique) et l'autre à la mesure du potentiel de l'anode du photomultiplicateur (signal de luminescence)

-un appareil photographique, qui permet, en opérant en pose d'enregistrer sur des photographies polaroïd , les traces des signaux thermiques et de luminescence sur l'écran de l'oscilloscope.

-éventuellement un millivoltmètre qui permet de déterminer avec une meilleure précision que sur l'écran de l'oscilloscope la tension initiale de déséquilibre du pont de Wheastone sous l'effet du courant $\dot{I}_1$.

Description de l'appareil d'analyse :(fig.a)

Il comprend,dans l'ordre où les rencontre le rayon lumineux pénétrant dans l'appareil :

-un objectif achromatique L_1 formant l'image du revêtement dans le plan de la fente d'entrée . Sa position est réglable.

-une fente d'entrée rectangulaire définie par deux diaphragmes orthogonaux mobiles.

-une lentille convergente L_2 dont le plan focal objet est confondu avec le plan de la fente d'entrée et qui crée un faisceau de lumière paralléle.

-une grille métallique d'épaisseur variable qui permet d'agir sur l'intensité du flux lumineux transmis.

-un support en forme de disque, pouvant tourner autour de son axe, sur lequel sont fixés :

1) un prisme à réflexion totale permettant la mise au point de la visée
2) un verre de Wood d'épaisseur 5 mm. utilisé pour l'étude de la diffusion UV sur le revêtement
3) 4 groupes de filtres : deux filtres interférentiels et deux associations de deux verres colorés.
4) Une deuxième lentille convergente L_3 qui rassemble l'énergie transmise à travers les filtres sur la cathode d'un photomultiplicateur (P.M) de marque R.C.A type 1P21

Le P.M est alimenté par une alimentation stabilisée à une précision supérieure à 10^{-3}. Sa cathode est portée à un potentiel négatif compris entre -600 et -900 volts. Son anode est reliée à la terre par l'intermédiaire d'une résistance de charge (1 à 10 MΩ) A ses bornes on mesure une tension proportionnelle à l'intensité du signal lumineux reçu par le P.M.

II - 3.2. DIFFICULTES RENCONTREES LORS DES PREMIERES EXPERIENCES

II - 3.2.1. Vibrations

Toute vibration du support se traduit par un mouvement du ruban et une variation de l'intensité lumineuse reçue par le P.M.

Le support de l'enceinte a du être choisi aussi massif et aussi

rigide que possible.

Le choc thermique provoque une brusque dilatation entrainant une vibration du ruban.

Pour éviter ce phénomène, dans le cas des chocs thermiques d'assez faible amplitude ($\Delta T \leq 30°C$) on met à profit l'élasticité de l'aluminium . On incline légèrement les supports du ruban en pliant en son centre la face en plexiglass de l'enceinte sur laquelle ils sont fixés. On crée ainsi une précontrainte dans le ruban et un allongement élastique légèrement supérieur à celui que provoquerait le choc thermique . On évite ainsi tout mouvement pendant et aprés le choc thermique.

Ce procédé n'est plus applicable dés que l'allongement provoqué par la dilatation sort du domaine élastique et il n'est plus possible d'éviter une fléche du ruban au cours du choc thermique. Ce phénomène n'est pas génant dans la mesure ou la configuration du ruban se déforme tout en restant une surface cylindrique. En effet dans ce cas la déformation est trés rapide et définitive et la variation d'intensité lumineuse due au déplacement de la surface visée est négligeable.

Par contre s'il se produit une torsion , la surface apparente visée varie et l'intensité lumineuse reçue varie fortement . Dans ce cas il y a en général des vibrations de torsion , ce qui se traduit par des fluctuations sensiblement périodiques du signal lumineux. On élimine ces mouvements en tendant légèrement le ruban au préalable pour "absorber" une partie de la dilatation.

Il est d'ailleurs nécessaire de changer assez fréquemment le ruban à cause de l'allongement permanent excessif aprés plusieurs chocs.

Il n'a pas été possible d'utiliser un système de poids ou de ressorts car le ruban n'avait pas une résistance mécanique suffisante.

II -3.2.2. Reproductibilité des enregistrements

Les premiers signaux de luminescence obtenus sur un revêtement composé de plusieurs couches de monocristaux de ZnS cdS (Mn Au) d'épaisseur 50 microns environ étaient semblables à ceux schématisés sur la figure -a- où l'émission lumineuse aprés une brutale surintensité ou stimulation se stabilisait à 1% prés à un niveau final d'émission lumineuse stable en un temps τ_R voisin de 0,05 sec.

Ce temps de réponse croissait en particulier avec l'épaisseur du revêtement . Mais comme il était impossible d'une part de réaliser deux revêtements rigoureusement de même épaisseur avec la méthode du dépôt au pinceau et d'autre part de mesurer avec précision cette épaisseur (dans la mesure ou elle peut-être définie, ce qui implique qu'elle est constante) les valeurs obtenues pour le temps de réponse ainsi que la forme des courbes d'émission lumineuse n'étaient jamais les mêmes (prés de 50 % de différence)

On a vu au chapitre I -4. que le retard dû à l'inertie thermique des revêtements , étant inférieur à 1ms. , est négligeable devant les temps de réponse mesurés et qu'il ne peut expliquer les résultats obtenus .

"L'épaisseur" moyenne du revêtement a donc une influence sur le temps de réponse optique (ou temps de relaxation) des revêtements.

L'impossibilité de la réalisation de revêtements de même épaisseur a été surmontée par la constitution de revêtements monogranulaires qui ont alors conduit à des enregistrements tout à fait reproductibles quelque soit le revêtement monogranulaire étudié (les autres paramètres actifs restant évidemment les mêmes) (cf. photo b)

II - 3.2.3. Rapport du signal ou bruit

Les premiers essais ont porté sur l'étude du ZnS CdS (Mn Au) Or ce produit était fourni sous la forme d'une poudre de granulométrie irrégulière dont ont été conservés seulement les cristaux de dimension moyenne inférieure ou égale à 10 microns. La réalisation d'un revêtement monogranulaire continu (à grains jointifs) sur un ruban d'aluminium est trés délicate et il subsiste des lacunes entre les grains (photos II-1.2. a et b)

L'émission lumineuse (signal) d'un tel revêtement est donc trés faible.

Quant au bruit il est constitué par :

-les lumières parasites : en travaillant dans l'obscurité on les élimine totalement

-les fluctuations d'intensité d'excitation (arc électrique) qui se traduisent par des fluctuations de l'intensité d'émission : ces fluctuations ont une période moyenne assez grande (0,1s) et leur amplitude est environ 1 à 2% de celle du signal.

- Eventuellement un bruit propre aux cristaux luminescents , ce bruit compte tenu des autres causes n'a pu être isolé.
- Surtout le bruit de grenaille du photomultiplicateur dû à des fluctuations statistiques dans le taux d'émission des photoélectrons de la cathode et dans l'émission secondaire des dynodes. Le spectre haute fréquence de ce bruit est filtré par la chaine de mesure elle-même : photomultiplicateur relié directement par l'intermédiaire d'un cable blindé de $1{,}10 \times 10^{-10}$ farads de capacité à un oscilloscope de 1 MΩ d'impédance d'entrée. On constitue ainsi un filtre passe-bas de fréquence de coupure $\frac{1}{RC}$ = 9100 Hertz

Il n'est pas possible de couper plus bas si l'on veut restituer sans écrétage le pic de stimulation . On a essayé sans résultat sensible de diminuer ce bruit en augmentant la polarisation de la cathode par rapport à la première dynode (en élevant de 50 % la valeur de la première résistance du diviseur de potentiel)

D'autre part, on sait que le bruit est minimum dans le cas du montage cathode à la masse et anode à un fort potentiel positif . Ici on est dans le cas anode à la masse (par l'intermédiaire de la résistance de charge) et cathode à un fort potentiel négatif (-700 à -900 volts)

Ce montage était imposé car le tiroir à 2 voies de l'oscilloscope utilisé n'était pas un tiroir différentiel , mais comportait une masse commune pour les deux entrées.

Les moyens d'action sur le bruit étant trés réduits on a donc été conduit à intensifier le "signal" en :

-augmentant dans les limites imposées par les considérations thermiques (uniformité de température) ainsi que par les caractéristiques de l'appareil d'analyse (distance minimale de mise au point, largeur maximale de la fente d'entrée) l'aire de la zone visée : 4 mm. de long
2,5 mm. de large
c'est à dire la largueur du ruban

-travaillant , au moins initialement avec une intensité d'excitation importante car l'émission lumineuse lui est, en première approximation proportionnelle.

On pourrait améliorer le dispositif en remplaçant le P.M. que

nous avons utilisé par un P.M. à cathode trialcaline et en augmentant le diamètre de la lucarne d'entrée de l'appareil d'analyse . Ceci n'a pas pu être réalisé dans le cadre de cette étude en raison des délais nécessaires à l'acquisition de ce matériel nouveau.

Il faut remarquer que l'étude du ZnS CdS (Mn Au) a été à ce point de vue) plus délicate que celle des autres sulfures ZnS (Cu), ZnS CdS (cu) ZnS (Ag)

En effet d'une part les revêtements monogranulaires réalisés avec ces produits étaient bien moins lumineux du fait de la petitesse des cristaux composants , que ceux réalisés avec les autres produits et d'autre part les filtres utilisés dans son étude étaient des filtres interférentiels de coefficient de transmission inférieur à celui des filtres à large bande.

II - 3.2.4. Non uniformité du flux UV excitateur

Si l'aire visée est un rectangle de 4 mm. de long et de 2,5 mm. de large, on constate que, d'aprés la figure II -2.1 -d- l'éclairement UV d'une surface , située à 30 cm. de la lampe à rayonnement continu , n'est pas uniforme (variation maximale de 30 % par rapport à l'éclairement moyen)

Dans toutes nos manipulations on s'assure que l'éclairement moyen reste bien le même entre deux séries d'expériences en déplaçant la lampe excitatrice parallélement au ruban de manière à obtenir un signal d'amplitude maximale . La distance entre le milieu de la face avant de la lentille excitatrice et le milieu du revêtement est maintenue égale à 30 cm.

Une mesure directe de l'éclairement moyen d'un revêtement de 4 mm. de long et de 2,5 mm. de large s'obtient en éclairant une cellule diaphragmée par un cache de mêmes dimensions que le revêtement. On a pu ainsi montrer que cet éclairement moyen était 6 fois 1/2 plus grand dans le cas de l'utilisation de la lampe à faisceau concentré (continu dans le temps), que dans le cas de la lampe à faisceau presque parallèle (modulé périodiquement) la distance d'excitation d étant la même dans les deux cas : 30 cm.

Cette valeur correspond à celle obtenue par le calcul à partir des courbes c et d et à l'aide des formules démontrées en appendice 4.

Dans cet appendice , on décrit en outre la méthode qui à déterminer les coefficients de réflexion R et de transmission T de la feuille de Rhodoïd de 1/10e de mm. d'épaisseur qui est interposée entre la lampe excitatrice et le revêtement . On a ainsi obtenu un coefficient de transmission pour deux feuilles accolées : $T(2) = 0,71$ ce qui correspond à un coefficient de transmission $T_{365m\mu} = 0,815$ et de réflexion $R_{365m\mu} = 0,08$ pour chacune des deux feuilles.

II - 3.3. TEMPS DE RELAXATION OPTIQUES OBTENUS POUR DES REVETEMENTS MONOGRANULAIRES

II -3.3.1. Paramètres actifs

On considérera que la valeur du temps de réponse mesurée sur les oscillogrammes est celle du temps de relaxation optique à 1ms. prés maximum par excés car le temps de réponse thermique est inférieur à 1ms.

On constate que le comportement optique des revêtements monogranulaires varie avec de nombreux paramètres.

A) Eclairement moyen UV d'excitation
B) Bande passante du filtre optique
C) Nature du produit luminescent
D) Température finale du choc thermique
E) Amplitude du choc thermique

On a donc étudié les cristaux qui sont actuellement utilisés dans les méthodes de couleur et de phosphorescence :

-ZnS CdS (Mn Au) (Méthode de couleur)

-ZnS (Cu))
-ZnS CdS (Cu)) (Méthode de phosphorescence)
-ZnS (Ag))

-Fait varier l'éclairement moyen UV dans un rapport de 1 à 10 environ
-Fait varier la température dans le domaine 20° , 400°C
-Etudie l'influence de l'amplitude du choc thermique en la faisant varier de 5° à 100 °.
-Compare les résultats obtenus pour chacune des deux bandes d'émission de ces sulfures.

-Mis enfin en évidence l'influence de la taille des cristaux sur leurs propriétés optiques sans faire toutefois à ce sujet une étude systématique(*)

II -3.3.2. Résultats

On a reporté dans les tableaux 1,2,3 les temps de réponse mesurés au cours des expériences de choc thermique sur des revêtements monogranulaires de chacun des produits étudiés. On considérera que ces temps de réponse représentent à moins de 10^{-3}s par excés les temps de relaxation optique des revêtements.

Il a été mentionné en même temps :

-les filtres utilisés :

filtre 1 : (filtre interférentiel : λ = 525 mμ $\Delta\lambda$ = 10 mμ
((B 40)
filtre 2 : (filtre interférentiel : λ = 585 mμ $\Delta\lambda$ = 11 mμ
((fabriquant WILD)
filtre 3 : (verres colorés 2mm.VG9 +1mm GG14 : λ_m=525mμ.$\Delta\lambda$=65mμ
(
filtre 4 : (" " 1mm.GG9 +1mm BG12 : λ_m=470mμ.$\Delta\lambda$=50mμ
((fabriquant SCHOTT)

-la dimension moyenne des cristaux

-la température initiale du choc calculée à partir de la température moyenne du ruban selon la méthode du § I -3.6.

-la température finale du choc thermique

On a vu au chapitre I - 4. que la distribution de température immédiatement consécutive à un choc thermique effectué à partir d'une distribution de température uniforme (température ambiante) était, également uniforme ; et ceci pour la plus grande partie de la longueur du ruban et pendant un temps $t \simeq 0{,}2$ s.

Donc pour les sulfures dont $\tau_R \leq 200$ ms. la température finale du choc thermique sera pratiquement égale à la température moyenne du ruban.

Pour les sulfures tels que $\tau_{R\,optique} \geq 200$ ms. la variation d'émission lumineuse sera due , d'une part à un phénomène purement optique et à la montée en température du milieu du ruban . On commettra donc , dans ce cas une erreur dans la détermination du temps de réponse, erreur d'autant plus

(*) cette influence est étudiée en détail par Mr. OZTEKIN dans sa thèse à paraître.

faible que le fil est plus long et que l'amplitude du choc thermique est plus faible.

Par analogie , on supposera que lorsqu'on part d'une distribution de température non uniforme (celle provoquée par le passage du courant $\mathring{I}_o$) la distribution de température finale immédiatement consécutive au choc est représentée par une courbe parallèle à la courbe initiale.

La température du milieu du ruban sera dans ce cas

$$T^{M,\ t\leqslant 0,2\lambda} = T^{M,\ t=o}_{\text{initiale}} + \left(T^{m,\ t\geqslant 0,2}_{\substack{\text{aprés le}\\ \text{choc}}} - T^{m,\ t=o}_{\text{initiale}}\right)$$

T^M = température au milieu du ruban

T^m = température moyenne du ruban

Les observations sont les mêmes que dans le cas précédent. On remarquera toutefois que l'hypothése précédente ne représente pas exactement la réalité, car lors du choc thermique les parties du ruban aux températures les plus élevées présentent en même temps une résistance plus forte et seront donc plus échauffées que les zones à température initiale plus faible : on n'aura donc pas une courbe finale parallèle mais en réalité une courbe légèrement plus accentuée.

L'importance de ces phénomènes reste limitée : pour un ruban de 8 cm. de long et $T^M_{\text{initiale}} = 150°$ on calcule que pour :

$$\Delta T = T^{m,\ t\to\infty}_{\substack{\text{aprés le}\\ \text{choc}}} - T^{m,\ t=o}_{\text{initiale}} = 30°\ ,\quad T^{M,\ t\to\infty} - T^{M,\ t\leqslant 0,2} = 6°$$

ce qui correspond à une incertitude maximale de 3,3% sur la température finale et de 20% sur l'amplitude du choc thermique.

En définitive si l'on veut obtenir une bonne précision sur l'amplitude du choc thermique à des températures supérieures ou inférieures à la température ambiante, il faut partir d'une distribution de température uniforme dans le ruban ce qui impose l'utilisation d'une étuve : chauffage par convection rayonnement ou alors chauffage par effet Joule mais avec un chauffage simultané des bornes de manière à supprimer tout échange de chaleur par conduction longitudinale dans le ruban .

Eclairement moyen ultraviolet

La valeur portée dans les tableaux 1,2 et 3 est la valeur du rapport de l'éclairement moyen UV à l'éclairement moyen correspondant à U = 1 (cf § II - .4.)

II -3.3.3. Dispersion des résultats

La dispersion des valeurs obtenues à plusieurs origines .
-Il est d'abord peu précis de déterminer un temps de réponse à 99 % sur une photographie de petit format . D'autre part la mesure est rendue délicate par la présence du bruit de fond qui perturbe le signal . On peut considérer que la valeur présentée est exacte à $\pm$ 15 % près .

-Il peut y avoir de légères différences d'éclairement UV dues par exemple à un positionnement différent de la lampe excitatrice et aussi au vieillissement de la lampe à arc.

-Enfin, la granulométrie des cristaux étudiés n'est pas rigoureusement uniforme . Ils ont été triés par sédimentation ce qui élimine les cristaux de taille supérieure à une certaine valeur mais entre deux revêtements on peut avoir une granulométrie moyenne différente et ceci d'autant plus que le revêtement est monogranulaire et comprend peu de cristaux . La "population de cristaux"est alors insuffisante pour que l'on puisse considérer qu'il y a une similitude statistique .

En définitive, on constate que pour le ZnS CdS (Mn Au) de granulométrie , la plus irrégulière de toutes celles des poudres utilisées , la dispersion pour des chocs thermiques identiques effectuée sur des revêtements monogranulaires différents est inférieure à 25 %

II -3.4. ANALYSE DES RESULTATS

II -3.4.1. Influence de la nature du produit luminescent

Le temps de relaxation dépend de la nature du produit étudié . Il est ainsi environ 4 fois plus grand pour les cristaux de ZnS (Cu) que pour ceux de ZnS CdS (Mn Au) de mêmes dimensions , toutes choses étant égales par ailleurs .

II -3.4.2. Influence de l'intensité de l'éclairement moyen UV

II -3.4.2.1. Utilisation de la lampe à rayonnement continu

Le temps de relaxation varie de manière trés sensible en sens inverse de l'éclairement moyen UV d'excitation .

Du fait de la non homogénéité du flux UV excitateur la courbe de variation du temps de réponse en fonction de l'éclairement UV se déduit de la courbe construite expérimentalement par affinité parallèle à l'axe des éclairements de rapport égal au rapport entre l'éclairement minimal de la zone étudiée du revêtement à l'éclairement moyen de cette zone . En effet le temps de relaxation mesuré pour un revêtement est la borne supérieure de divers temps de relaxation correspondant à chacun des cristaux du revêtement donc c'est celui des cristaux les moins éclairés du revêtement . Cette courbe a été construite sur la figure -a- dans le cas où $\frac{\dot{I}\ \text{minimal}}{\dot{I}\ \text{moyen}} = 80\ \%$ ce qui constitue effectivement le cas des expériences réalisées avec la lampe à rayonnement continu.

II -3.4.2.2. Utilisation de la lampe à rayonnement modulé sinusoidalement à la fréquence 100 Hz

On constate d'abord que la valeur moyenne L_o de la luminance L (t) sous excitation modulée telle que :

$\dot{I} = \dot{I}_o(1 + a \cos \omega t)$ avec $o < a < 1$ et $\omega = 200\ \pi$ est la même que celle due à une excitation continue d'intensité $\dot{I}_o$

D'autre part l'examen de l'évolution de la luminance consécutive à un choc thermique effectué sous excitation modulée (photos b) montre que l'on peut considérer la courbe de luminance "réponse" d'un choc thermique réalisé sous excitation modulée à 100 Hz comme la somme de la courbe de luminance moyenne $L_o(t)$ "réponse" du choc thermique sous l'excitation continue $\dot{I}_o$ et de la courbe de luminance alternative due à la composante alternative $a\ \dot{I}_o \cos \omega t$ de l'excitation .

Cette approximation ne sera valable que si $\tau_R \gg 1/100$ s ce qui est le cas des sulfures principalement utilisés pour la méthode de phosphorescence : ZnS (cu) et ZnS CdS (cu)

Cette approximation sera d'autant meilleure que :

$P_{ur} = \frac{\text{valeur efficace de la composante alternative de } L(t)}{\text{valeur moyenne de la composante continue } L_o \text{ de } L(t)}$ sera petit.

On considérera par la suite que les conclusions et résultats obtenus sous excitation continue sont aussi valables pour une excitation alternative pourvu que le temps de relaxation τ_R soit grand devant la période de l'excitation alternative .

Dans le cas contraire (ZnS CdS(Mn Au), ZnS (Ag)) les mesures directes de temps de relaxation lors de chocs thermiques de faible amplitude effectués sous excitation modulée sinusoïdalement conduisent à des valeurs qui sont inférieures de 30 à 40 % à celles obtenues sous excitation continue égale à la valeur moyenne de l'excitation alternative.

II -3.4.3. Influence de la température atteinte à la fin du choc thermique

Pour tous les produits étudiés à partir d'une certaine température le temps de relaxation diminue avec la température pour atteindre , lorsqu'on tend vers la température d'extinction (température pour laquelle la luminance du produit n'est plus par exemple que 1% de sa luminance maximale) une valeur d'environ 1ms quels que soient les produits étudiés et l'intensité d'excitation (figure a) on ne peut alors dire si ce temps de relaxation du revêtement est d'origine luminescente ou thermique .

Les paramètres choisis sont la température finale et l'amplitude du choc thermique. On aurait pu ainsi choisir la température initiale et l'amplitude , mais la durée du choc thermique étant en général trés faible devant les temps de relaxation obtenus on peut considérer que les phénomènes d'origine luminescente se déroulent à la température finale du choc , l'intensité du choc représentant l'amplitude de la perturbation . Cette remarque n'est valable que dans la mesure ou la durée du choc thermique est petite devant la durée des temps de relaxation mesurés. On constate en effet qu'à

la précision des mesures (25%) on obtient des résultats identiques dans le cas de deux chocs thermiques de même amplitude et de même origine , mais l'un effectué avec un fusible (durée t_c = 1ms) et l'autre avec le condensateur ($t_c \leq 0,4$ms) sur un revêtement de ZnS (Cu)

Les photos b et a sont les enregistrements respectivement obtenus avec un revêtement de ZnS(Cu) soumis à deux chocs thermiques de même amplitude environ (40°C) mais dans le premier cas la température finale est T_f = 350°C , dans le deuxième cas T_f = 515°C. La vitesse de balayage est aussi 5 fois plus rapide dans le deuxième cas (1ms/cm) que dans le premier.

Dans chacune de ces deux expériences on a fait varier l'éclairement UV et on constate que le temps de relaxation est à ces températures pratiquement indépendant de l'éclairement. La trace supérieure représente le déséquilibre du pont, elle se distingue des signaux de luminescence par l'absence de bruit (Avant le choc les traces du signal de luminescence et du signal de déséquilibre du pont ont été superposées sur l'axe médian)

II -3.4.4. Influence de l'amplitude du choc thermique

On a effectué , avec le ZnS(Cu) trois expériences au cours desquelles on fait varier l'amplitude du choc thermique mais en conservant la même température finale T_f. Ainsi pour T_f = 92°C et un éclairement U = 6,5

ΔT = 67 °C	τ_R = 65 - 70 ms
ΔT = 27 °C	τ_R = 55 - 60 ms
ΔT = 5 °C	τ_R = 50 - 55 ms

On constate qu'une multiplication par plus de 10 fois de l'amplitude du choc thermique entraine une augmentation relativement faible du temps de réponse ($\leq$30%)

Pour le sulfure mixte ZnS CdS(Mn Au) qui a des temps de réponse de l'ordre de 4ms. à la même température on a décelé aucune influence de l'amplitude du choc thermique sur ce temps de réponse .

II -3.4.5. Influence du filtre

On constate d'une part que le temps de relaxation est plus court pour les faibles longueurs d'onde (excepté pour le ZnS CdS(Mn Au) ou la précision des mesures est trop faible pour déceler une différence entre les

filtres vert et orange .

D'autre part les temps de relaxation obtenus ne dépendent pas de la nature du filtre : filtre interférentiel à bande étroite $\Delta\lambda = 10 m\mu$ ou filtre couleur à large bande $65 m\mu$ à condition qu'ils soient centrés sur la même longueur d'onde .

II -3.4.6. Influence de la taille des cristaux

Les cristaux qui ont servi dans cette étude n'avaient pas une granulométrie rigoureusement uniforme . Nous avons procédé par la suite à la séparation par tamisage d'un échantillonnage de cristaux de ZnS CdS (Mn Au) de telle sorte que la dimension moyenne des cristaux tamisés est comprise entre 25 et 40 microns pour un premier lot et inférieure à 5 microns pour un deuxième lot .

Nous avons constaté que les temps de relaxation de divers revêtements monogranulaires réalisés à partir du premier lot sont identiques , les conditions d'expérience restant par ailleurs identiques (T_f=50°C,U=6,5)

D'autre part le temps de relaxation augmente avec la taille des cristaux : 3ms pour les cristaux du 2ième lot ($\leqslant 5\mu$) , 14 ms pour ceux du 1er lot ($25 \leqslant d \leqslant 40\mu$). Ce dernier résultat s'explique en partie d' aprés les résultats précédents . Le paramètre actif ici est en effet l'intensité d'excitation , c'est à dire le nombre de photons incidents par unité de volume du cristal . Or le cristal est éclairé superficiellement et du fait de son coefficient d'absorption α vis à vis du rayonnement UV, l'intensité à la profondeur x mesurée sur la normale à la surface éclairée n'est plus que $\dot{I} = \dot{I}_o \exp(-\alpha x)$; $\dot{I}_o$ est l'intensité initiale proportionnelle à l'éclairement superficiel U . Mais nous venons de voir que le temps de relaxation varie en sens inverse de l'intensité d'excitation.

La valeur que l'on mesure est celle qui correspond aux zones les moins éclairées du cristal , donc les plus profondes , ce qui explique sa croissance avec la taille des cristaux .

II - 3.4.7. Résultats relatifs aux revêtements multicouches

Des chocs thermiques de faible amplitude ont été effectués à température ambiante sur divers revêtements d'épaisseur moyenne comprise entre 60 et 70 microns et donc comportant plusieurs couches de cristaux .

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau ci-dessous

PRODUIT	Dimension moyenne des cristaux (microns)	Eclairement superficiel U	τ_R (ms) (λ = 525 mμ)
ZnS CdS (Mn Au)	10	6,5 Ryt continu 1 Ryt modulé (100z)	30 - 35 50 - 70
ZnS CdS (Mn Au)	30	6,5 Ryt continu 1 Ryt modulé	30 50 - 60
ZnS (Cu)	25	6,5 Ryt continu 1 Ryt modulé	120 360
ZnS CdS (Cu)	25	6,5 Ryt continu 1 Ryt modulé	130 340

Les temps de réponse présentés ci-dessus sont supérieurs à ceux des revêtements monogranulaires soumis à un même éclairement UV.

D'autre part ils sont indépendants de la granulométrie des cristaux composants.

Ces résultats s'expliquent, comme au paragraphe précédent en faisant intervenir les coefficients d'absorption α et β du cristal vis à vis des rayonnements ultraviolet excitateur et de luminescence réémis .

Assimilons en effet le revêtement à un monocristal unique, d'épaisseur e dans la direction du rayonnement excitateur .

Soit $\dot{I}_o$ l'intensité d'excitation superficielle (photons/sec . cm^3) L'intensité d'excitation à la profondeur x sera $\dot{I}_x = \dot{I}_o \exp(-\alpha x)$

L'intensité L du rayonnement de luminescence est en première approximation proportionnelle à l'intensité d'excitation . Donc : $L_x = K \dot{I}_o \exp(-\alpha x)$. La fraction $L_{ox} = K \dot{I}_o \exp\left(-(\alpha+\beta) x\right)$ sortira du cristal.

La luminance globale du revêtement est donc

$$L_{ce} = \int_0^e K I_o \exp\left[-(\alpha+\beta) x\right] dx = \frac{K I_o}{\alpha+\beta} \left(1 - \exp\left[-(\alpha+\beta) e\right]\right)$$

Or on a défini le temps de relaxation comme le temps au bout duquel la luminance du revêtement a atteint les 99 % de sa luminance finale

On peut définir de la même manière une "épaisseur efficace" de revêtement dont la luminance représente les 99 % de la luminance globale.

Cette épaisseur e_f sera telle que $\frac{Loe_f}{Loe} = \frac{99}{100} \Rightarrow \frac{Loe - Loe_f}{Loe} = 1\%$

$$\Rightarrow \frac{\exp[-(\alpha+\beta)e_f] - \exp[-(\alpha+\beta)e]}{1 - \exp[-(\alpha+\beta)e]} = 1\%$$

La valeur du temps de relaxation sera donc celle qui correspond à la zone du revêtement située à la profondeur e_f Elle ne dépendra plus de l'épaisseur du revêtement quand e sera suffisamment grand pour rendre $\exp[-(\alpha+\beta)e]$ petit devant 1 , on aura alors

$$\exp[-(\alpha+\beta)e_f] = 1\% \Rightarrow e_f = \frac{2}{2{,}3(\alpha+\beta)} = \frac{0{,}87}{\alpha+\beta}$$

Dans les cas étudiés (revêtements d'épaisseur $\leq$ 50 microns) e_f est fonction de e et le temps de réponse dépend de l'épaisseur du revêtement.

Il ne doit pas dépendre en première approximation de la granulométrie des cristaux composants , mais seulement de l'épaisseur "de cristal" traversée : ce fait est bien vérifié (cf. résultats relatifs au ZnS CdS (Mn Au) de cristaux de 10 et 30 microns) . En réalité le revêtement composé des cristaux les plus fins étant plus compact et les pertes par absorption dans le liant étant plus importantes à cause du plus grand nombre de réflexions à la surface des cristaux il sera , à épaisseur égale un peu plus opaque qu'un revêtement composé de gros cristaux .

Le fort pouvoir absorbant vis à vis de la lumière UV excitatrice a été d'ailleurs vérifié : des cristaux de ZnS CdS (Mn Au) décantés ($d \leq 10\mu$) sont déposés sur un verre de Wood . L'épaisseur du revêtement obtenu est mesurée à l'aide d'un micromètre (précision 25 %).Le rayonnement excitateur fait dévier "pleine échelle" le galvanomètre associé à une cellule Chauvin Arnoux GC 4201 placée derrière un verre de Wood identique au premier .

Si l'on remplace ce verre par celui sur lequel a été effectué le dépôt l'aiguille du galvanomètre ne bouge plus ce qui correspond à un

rayonnement émergent inférieur à 1/1000 du rayonnement incident .

II -3.5. APPLICATION AUX METHODES DE COULEUR ET DE PHOSPHORESCENCE

Elles sont basées sur la variation d'un paramètre thermosensible : Cm (T) de couleur au taux de modulation : Pm (T) de phosphorescence .

Cette variation est fonction de l'intensité d'excitation et aussi par conséquent de l'épaisseur du revêtement ou de la dimension moyenne des cristaux composants pour les revêtements monogranulaires . La méthode de couleur utilisait une poudre de microcristaux de ZnS CdS (Mn Au) de granulométrie irrégulière : 80 % des cristaux inférieurs à 25 microns.
le reste également distribué entre 25 et 100 microns .

L'expérience montre que les courbes de variation du paramètre P de couleur obtenues pour un éclairement superficiel donné (U = 1 = éclairement dû à la lampe à rayonnement modulé alimentée par un courant de 0,8 A et située à une distance d = 30 cm. du revêtement) et pour divers revêtement d'épaisseurs comprises entre 20 microns ($5mg/cm^2$) et 60 microns ($15mg/cm^2$) peuvent se ramener à une seule courbe par affinité perpendiculaire à l'axe des températures . On constate d'autre part que C_m augmente quand U diminue et croît légèrement quand l'épaisseur du revêtement augmente . Ceci s'explique trés bien en considérant l'absorption du rayonnement excitateur par les couches superficielles . Les couches profondes sont en effet moins excitées que celles de la surface et leur contribution tend à augmenter le C_m global .

D'autre part la méthode de couleur était inapplicable pour des revêtements trés minces ou monogranulaires ($1,6mg/cm^2$ 6 microns)

En effet, de tels revêtements ne mettent en jeu qu'un nombre restreint de cristaux et il peut y avoir entre deux revêtements des distributions granulométriques trés différentes . Cette dissymétrie disparait par effet statique quand le nombre de cristaux est suffisamment important .

La détermination d'une température par la méthode de couleur consistait alors à :

- Tracer le réseau d'étalonnage : Les courbes Cm (T) pour divers revêtements minces ($2/100 < e < 6/100$ mm) et un éclairement $\mathcal{U}$ donné se ramènent à une seule courbe $\Gamma(U, B)$ passant par un point arbitraire B, par une affinité parallèle à l'axe des Cm .

Ces courbes $\Gamma(U, B)$ tracées pour diverses valeurs de Muv constituent le réseau d'étalonnage f (T, U B)

-Déterminer $\mathcal{U}$ dans les conditions de mesure au point X d'un revêtement dont on veut déterminer la température .

Une erreur sur l'évaluation de $\mathcal{U}$ de 10 % entraine une erreur $\Delta T < 2°C$ à 200°C

-Mesurer en X Cm à une température connue T_o (température ambiante par exemple) On obtient ainsi Cm (T_o)

-Mesurer en X, dans les mêmes conditions expérimentales Cm à T inconnue

La valeur de $\mathcal{U}$ permet de choisir la courbe convenable du réseau d'étalonnage Γ (U , B).On lit sur cette courbe la valeur du paramètre correspondant à la température T_o : $C_E (T_o)$ donc $C_E (T) = Cm(T) \times \frac{C_E (T_o)}{Cm(T_o)}$ et on lit T sur la courbe d'étalonnage $\Gamma (U, B)$(Fig.a-b)

Pour les revêtements trés minces composés de cristaux de dimension moyenne inférieure à 10 microns , cette méthode ne s'applique plus car on ne peut plus ramener par affinité les diverses courbes d'étalonnage à une seule : en effet la sensibilité lumineuse des cristaux à la température diminue avec leur taille , ce qui se traduit par un déplacement des courbes dans le sens des températures croissantes (le sens de variation est évidemment le même que celui qui correspond à une augmentation de l'éclairement UV)

En revanche la température d'extinction est d'autant plus élevée que la taille des cristaux est petite ou que l'éclairement UV est important)

On pourrait ainsi en théorie avec des revêtements monogranulaires composés de cristaux de ZnS CdS (Mn Au) de dimension moyenne inférieure à 10 microns mesurer des températures de 300°C par la méthode de couleur (la limite actuelle est 200°C)

Dans le cas de la méthode de phosphorescence , le mode de dépouillement est analogue mais il n'est ici pas possible d'éliminer l'influence de

l'épaisseur e par une simple affinité .

Les courbes d'étalonnage forment une famille de courbes $P(T, u, e)$ dépendant de la température et des deux paramètres u et e . L'expérience montre qu'en première approximation et pour les valeurs usuelles de u et de e , par un point du plan $P(T)$ il ne passe qu'une seule courbe . On peut ainsi tracer un réseau $\Gamma(u, e)$ dont on détermine ensuite comme précédemment la courbe correspondant aux conditions expérimentales.

On constate que la valeur du paramètre de phosphorescence décroit quand l'épaisseur du revêtement augmente ce qui est une conséquence du fait que la valeur du paramètre de phosphorescence augmente avec l'éclairement UV.

La figure C représente un des réseaux d'étalonnage de cette méthode . Il est nécessaire d'utiliser deux produits différents pour "couvrir" la gamme 20°-400°C.

Les mesures sont possibles en dessous de la température ambiante et le domaine d'application de la méthode de phosphorescence a été récemment étendu aux basses températures (-200°C) (*)

II - 3.6. PREMIERES CONCLUSIONS RELATIVES AUX METHODES DE COULEUR ET DE PHOSPHORESCENCE

Les résultats précédents montrent que :

1°) Il est indispensable d'utiliser des cristaux de granulométrie bien définie donc triés au préalable par tamisage, sédimentation ou lévigation. On améliorera ainsi de manière importante la précision des mesures .

Mr.DELISEE -

(*) Thèse de Doctorat 3ème Cycle . Faculté des Sciences Paris. (Mars 1971) "Etude sur les possibilités thermométriques des sulfures luminescents aux basses températures"

2°) L'intensité d'excitation à utiliser sera déterminée par l'usage : Si l'on désire une grande sensibilité dans un domaine restreint de température on a intérêt , dans le cas de la méthode de couleur , à utiliser une excitation de faible intensité .

Par contre si l'on veut faire des mesures en régime variable ou à haute température il faudra utiliser une excitation aussi intense que possible car ainsi on augmente le rapport du signal au bruit , on diminue le temps de relaxation optique et on recule enfin les limites d'utilisation des deux méthodes .

3°) L'utilisation de revêtements monogranulaires composés de cristaux triés de dimensions relativement importantes (entre 20 et 50 microns) permettrait à la fois :

-de fournir un signal lumineux suffisamment intense pour donner au rapport signal sur bruit une valeur élevée et permettre ainsi des mesures aisées .

-de s'affranchir de l'influence de l'épaisseur du revêtement . Le réseau de courbes d'étalonnage serait un réseau à un seul paramètre : U = éclairement UV excitateur .

La connaissance de U permettrait de supprimer la mesure de $C_m (T_o)$ ou de $P_m (T_o)$ et inversement cette mesure permettrait de déterminer indirectement U et la courbe du réseau d'étalonnage à utiliser .

4°) L'utilisation de revêtements d'épaisseur supérieure à l'épaisseur efficace e_f déterminée au § II -3.4.7. (e_f semble être inférieur à 0,2 mm. pour le ZnS CdS (Mn Au) permettrait aussi de s'affranchir de l'influence de l'épaisseur du revêtement . Mais cette solution n'est valable que dans le cas de mesures de températures stationnaires pour lesquelles le gradient de température à la paroi est faible .

- III - PROBLEMES METROLOGIQUES -

-:-

III - 1. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES THERMOPHYSIQUES DES MATERIAUX CONSTITUANT LES CAPTEURS PHOTOTHERMOMETRIQUES

III - 1.0. INTRODUCTION : METHODES ET MODELE ADOPTES

Pour pouvoir utiliser les résultats obtenus dans la première partie de cette étude il faut connaitre la valeur numérique des grandeurs qui figurent dans les formules et en particulier la diffusivité des substances utilisées en couches minces .

A cet effet , nous avons employé différentes méthodes de mesure basées sur l'étude de la pénétration des signaux thermiques provoqués en surface par des programmations en puissance de type continu ou de type périodique.

III - 1.1. METHODE DU FLUX CONTINU IMPOSE

III - 1.1.1. Modèle théorique et diagrammes de référence

On sait que lorsqu'on considère une plaque d'épaisseur L, immédiatement aprés une rupture de l'équilibre provoqué par l'imposition du flux énergétique de densité F_o, on peut calculer l'intensité du signal enregistré à la distance x de la surface non soumise au flux en utilisant la relation :

$$T_x^t = \frac{2 F_o}{K} (at)^{1/2} \sum_{n=0}^{\infty} \left[\text{Ierfc} \frac{(2n+1)L - x}{2(at)^{1/2}} + \text{Ierfc} \frac{(2n+1)L + x}{2(at)^{1/2}} \right] \quad (1)$$

Au bout d'un certain temps il est plus commode d'utiliser la formule

$$T_x^t = \frac{F_o L}{K} \left[\frac{at}{L^2} + \frac{3x^2 - L^2}{6L^2} - \theta_x^t \right] \quad \text{où} \quad (2)$$

$$\theta_x^t = \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(-\frac{an^2\pi^2 t}{L^2}\right) \cos n\pi x/L \quad (3)$$

Quand le rapport $L/2\,(at)^{1/2}$ est grand on peut utiliser la formule qui permet de calculer la température dans un mur semi-infini (x représente dans cette formule la distance comptée à partir de la surface soumise au flux)

$$T_x^t = \frac{2F_0(at)^{1/2}}{K}\ \mathrm{Ierfc}\left(\frac{x}{2(at)^{1/2}}\right) \qquad (4)$$

Les formules précédentes sont démontrées en appendice 5.

Pour effectuer les calculs nous poserons $\frac{a\pi^2}{L^2} = m$

Dans ces conditions les diagrammes représentant dans ce modèle les thermogrammes topologiques qui correspondent respectivement à la face exposée au flux (x = L) et à la face opposée (x = o) sont définis par

$$T_0^t = \frac{F_0 L}{K}\left[\frac{mt}{\pi^2} - \frac{1}{6} + \frac{2}{\pi^2}\left(\exp(-mt) - \frac{1}{4}\exp(-4mt) + \dots\right)\right] \qquad (5)$$

$$T_L^t = \frac{F_0 L}{K}\left[\frac{mt}{\pi^2} + \frac{1}{3} - \frac{2}{\pi^2}\left(\exp(-mt) + \frac{1}{4}\exp(-4mt) + \dots\right)\right] \qquad (6)$$

D'autre part la loi asymptotique ($t \longrightarrow \infty$) correspond à une montée linéaire en température définie par

$$T_x^\infty = \frac{F_0 L}{K}\left[\frac{3x^2 - L^2}{6L^2} + \frac{mt}{\pi^2}\right] \qquad (7)$$

III - 1.1.2. Dispositif expérimental

Comme les expériences sont effectuées dans un domaine relativement restreint de température dans lequel les variations des caractéristiques thermiques des substances utilisées sont faibles nous pouvons utiliser ce modèle qui suppose que les fuites thermiques latérales sont négligeables et que les caractéristiques thermiques sont constantes.

Nous rappelons que la couche mince utilisée comme capteur se présente sous la forme d'une poudre constituée par des microcristaux de sulfure de zinc, dont les dimensions sont de l'ordre de 20 microns et qui sont agglomérés par une résine silicone (le rhodorsil 4510 à 70 %) dans la proportion de 3 à 4 volumes de sulfure pour un volume de rhodorsil (rapport

massique de 10 à 1) . Le toluène sert de solvant. Le mélange est [illegible] au pinceau sur le support et aprés évaporation du toluène on obtient un dépôt mince dont les caractéristiques évoluent avec le temps (polymérisation lente de la résine) . Les mesures que nous voulions effectuer nécessitaient l'emploi d'une éprouvette de dimensions suffisantes pour pouvoir mesurer au moyen de thermocouples , les gradients internes de température , de caractéristiques thermiques et géomètriques bien définies et enfin d'une certaine tenue mécanique. Ces propriétés ont été réalisées en polymérisant à haute température la résine agglomérant les cristaux . Dans ce but le mélange obtenu est chauffé à l'air libre dans un moule en laiton pendant 4 heures à une température de 250 - 300°C . Il n'a pas été utilisé de siccatif. Il est nécessaire de tasser le mélange au moment ou il commence à durcir car la polymérisation s'accompagne d'un dégagement gazeux (le solvant s'évapore) et risque de créer des "criques" et bulles au sein du produit.

On a ainsi obtenu un disque de 11 mm. d'épaisseur et de 40 mm. de diamètre qui , aprés rupture s'est avéré bien homogène.

4 thermocouples identiques : BTE CTE (Nickel , chrome, constantan) à réponse linéaire dans l'intervalle de température considéré $(61,5 \times 10^{-3} mV/°C)$ ont été utilisés. Deux ont été montés sur la face avant : T_c(Av 1) et T_c(Av 2), les deux autres ont été montés sur la face arrière : T_c(Ar 1) et T_c(Ar 2) .

-T_c(Av 1) Diamètre des fils 0,2 mm. Epaisseur de la jonction : (brasure à l'argent) 0,2 mm.

Le plan médian de la jonction est à 0,4 mm. de la face avant . Les fils du thermocouple sont placés dans une rainure , de manière à ce que la jonction soit sur l'axe du disque et ils sont recouverts par une pellicule de produit luminescent , de 0,2 mm. d'épaisseur , qui aprés une deuxième cuisson du disque durcit , maintient les fils en place et les rend invisibles.

-T_c (Av 2) Il est collé par de l'araldite dans une deuxième rainure parallèle à la première sur la face avant de manière à ce que l'une des faces de la jonction coïncide avec le plan de la face avant et soit apparente.

-T_c (Ar 1) Il est monté dans le disque au cours de la polymérisation . Le plan médian de la soudure est à 1 mm. de la face arrière (mesure effectuée en fin d'expérience aprés destruction de l'échantillon).

-T_c (Ar 2) Il est collé dans une rainure de la face arrière par de l'araldite La face apparente de la jonction est polie. Il donne des indications identiques à celles de son voisin (Karaldite = 0,2 Watt/m°C)

Le disque de produit luminescent est disposé horizontalement et pour limiter les turbulences dues à la convection naturelle il est chauffé par le rayonnement d'une plaque circulaire, elle même horizontale et placée à environ 50 mm. au dessus de l'échantillon. En pratique la plaque chauffante , aprés avoir atteint son régime stationnaire est mise en regard de l'échantillon momentanément protégé du rayonnement par un double écran amovible en aluminium . Moins de 30 s. aprés l'opérateur ote l'écran par rotation autour d'un axe vertical et simultanément,inscrit un créneau, par action sur un interrupteur, sur l'enregistrement des f.e.m thermiques.

Les enregistreurs utilisés sont deux graphispots de marque SEFRAM (type G R V A C) . Leur impédance interne R est fonction du calibre sur lequel on se place . Si r est la résistance des fils du thermocouple , la f.e.m réelle E sera égale à : E = valeur lue x $(1 + r/R)$

III - 1.1.3. Enregistrement et dépouillement des thermogrammes

III - 1.1.3.1. Détermination de l'instant origine

Les courbes 1 et 2 de la figure -a- représentent respectivement les enregistrements obtenus au moyen de deux graphispots SEFRAM des f.e.m E_1 et E_2 fournies respectivement par les thermocouples T_c(Av 1) et T_c(Av 2) de la face avant . On observe sur ces enregistrements un retard au "démarrage" par rapport à l'indication du topeur de 0,2 à 0,3 s.

D'autre part les tangentes aux origines des courbes I et II sont horizontales .

Enfin l'échauffement du thermocouple apparent T_c(Av2) est plus rapide que celui du thermocouple immergé T_c (Av1) et la température de ce dernier , lui est en régime établi de 6° inférieure.

On sait d'aprés [19] que les indications d'un thermocouple dont la jonction thermoélectrique et les fils de liaison sont soumis à un flux calorifique sont entachées d'erreur. On ne prendra donc en considération que les indications du thermocouple immergé T_c(Av1)

Le retard à l'origine est du à l'inertie de l'opé-

-rateur mais surtout à celle de l'enregistreur et aussi à la capacité calorifique relativement importante de la jonction comparativement à celle du produit environant, aux apports thermiques dans les fils de jonction et aux forces électromotrices (f.e.m) parasites induites par les gradients de température dans la jonction (soudure à l'argent) Ces f.e.m parasites sont mises en évidence, dans certaines expériences où les fils de liaison du thermocouple apparent T_c (Av2) étant soumis au rayonnement incident sur une assez grande longueur il se produit une faible déviation initiale au moment ou l'on impose le flux, en sens inverse du sens correspondant à l'échauffement.

On adoptera par la suite comme origine des temps l'extrapolation de la courbe $E_2(t)$ donnant l'évolution de température du couple immergé sur la face avant de l'échantillon [illegible])

III - 1.1.3.2. Dépouillement desthermogrammes

Trois méthodes de dépaillement ont été mises en oeuvre . Les deux premières font appel au modèle du mur fini , la troisième au modèle du mur semi-infini .

A) 1ère méthode

Les durées d'expériences sont suffisamment importantes pour que l'on puisse considérer que l'on a atteint le régime asymptotique défini par la formule (7) . La connaissance de la position x du thermocouple et de l'épaisseur L de l'éprouvette permet alors de déterminer la diffusivité a en effectuant le rapport de la pente et de l'ordonnée à l'origine de la droite asymptote Le terme "de position" $\frac{3x^2-L^2}{6L^2}$ est obtenu par simple lecture sur la courbe -b-

x = L = face exposée au flux = face avant

x = 0 = face isolée thermiquement = face arrière

Pour savoir au bout de combien de temps on peut considérer que le régime asymptotique est atteint on calcule le premier terme de l'expression (3) Ce terme est le premier terme négligé de la formule (2) donnant l'équation du diagramme de référence , quand on assimile ce diagramme à son asymptote (formule 7)

L'équation du thermogramme ainsi obtenue est : $y = f(z)$

Or 1cm sur l'axe des z représente u secondes
1cm sur l'axe des y représente v degrés centigrades

Dans le système seconde-degré l'équation du thermogramme devient $\frac{T}{v} = f\left(\frac{T}{u}\right)$

comme $f(z) = p\,z - q + r \exp(-m\,z)$ et que d'autre part

$$T_x^t = \frac{F_0 L}{K}\left[\frac{at}{L^2} + \frac{3x^2 - L^2}{6L^2} + \frac{2}{\pi^2}\exp(-mt) + \dots\right] = v\left[p\frac{t}{u} - q\right] + rv\exp\left(-m'\frac{t}{u}\right)$$

on obtient en identifiant les expressions précédentes

$$\left|\begin{array}{l} F_0 = \rho c L p \frac{v}{u} \\ r = 2p/m \\ m' = u m \\ a = \frac{3x^2 - L^2}{6L^2} \cdot \frac{p}{q} \cdot \frac{L^2}{u} \end{array}\right.$$

B) 2ème méthode

Elle a été préconisée par M.VERNOTTE [21] et par M. MARTINET [22] .Elle consiste à construire l'un ou l'autre des thermogrammes : $\log T_0^t = f_0(\log t)$

$$\log T_L^t = f_L(\log t)$$

et à chercher à superposer la courbe ainsi tracée avec le diagramme de référence

$$\sum_0^{mt} = \frac{mt}{2} - \frac{\pi^2}{12} + \exp(-mt) - \frac{1}{4}\exp(-4mt) + \frac{1}{9}\exp(-9mt) + \dots = \frac{K\pi^2}{2F_0 L} T_0^t$$

$$\sum_L^{mt} = \frac{mt}{2} + \frac{\pi^2}{6} - \exp(-mt) + \frac{1}{4}\exp(-4mt) + \frac{1}{9}\exp(-9mt) + \dots = \frac{K\pi^2}{2F_0 L} T_L^t$$

Les courbes d et c représentent respectivement les diagrammes de référence

$\sum_0^{mt}$ et $\sum_L^{mt}$ [22]

Le décalage D_x suivant les abscisses permet de déterminer :

$$D_x = \log m = \log \frac{a\pi^2}{L^2}$$

Le décalage D_y suivant les ordonnées permet de déterminer ;

$$D_y = \log \frac{K\pi^2}{2F_0 L} + \log v$$

C) 3ème méthode

On assimile l'éprouvette à un mur semi-infini . Nous supposerons cette approximation valable pour o t t_m tel que

$$T_x^t = \frac{2F_o (at)^{1/2}}{K} \quad \dot{I}\ \text{erfc}\ \left(\frac{x}{2(at)^{1/2}} \right)$$

soit inférieur à 0.165° ce qui correspond à 1/2mm. de graduation sur l'enregistrement des déviations d , donc des températures (T = v . d/cm) . Ici x = o correspond à la face exposé au flux .

La détermination de t_m est effectuée graphiquement en cherchant l'intersection de la courbe T(t) avec l'horizontale d'ordonné 0.165° . Les valeurs adoptées pour les variables

$k \simeq 2$ Watt/m
$\rho = 2500$ Kg/m^3
$c = 750$ J/Kg
$x = 10^{-2}$ m

conduisent à $t_m \simeq 9$ secondes

Si la jonction thermosensible était confondue avec le plan de la face exposé au flux , l'équation du diagramme de référence correspondant au thermogramme enregistré par cette jonction serait $T_o^t = \frac{2 F_o}{k} \cdot \left(\frac{at}{\pi}\right)^{1/2}$

En réalité on mesure la température non pas sur la face avant elle même (x=o) mais à une distance x (x = 0,4 mm. = position de l'axe du thermocouple) pour éviter les perturbations dues au rayonnement . Le diagramme de référence tracé dans le système d'axe T et t présente une asymptote lorsque t est grand .

En effet $\dot{I}\ \text{erfc}\ (X) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \exp(-X^2) - X\ \text{erfc}\ (X)$ Lorsque $t \to X = x/2\sqrt{at} \to o$ $\dot{I}\text{erfc}(X \to 1/\sqrt{\pi}$ et $1/\sqrt{\pi t}$. T_x^t a une limite finie . On obtient l'équation de l'asymptote en effectuant un développement limité de $\dot{I}$ erfc (X) au voisinage de X = o

Donc $T_x^{t \to \infty} = \frac{2 F_o \sqrt{a}}{K} \cdot \left[\sqrt{\frac{t}{\pi}} - \frac{x}{2\sqrt{a}} \right]$

L'asymptote coupe l'axe des t en un point tel que $\sqrt{to} = \frac{x}{2} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{a}}$ ce qui permet de calculer la valeur de la diffusivité a .

La pente de l'asymptote : $\frac{2 F_o}{K} \sqrt{\frac{a}{\pi}}$ permettra de calculer :

- F_o connaissant K (ou ρ et c)
- K connaissant F_o

Cette méthode n'est valable que pour des éprouvettes suffisamment épaisses (ou des valeurs de x suffisamment petites) pour que le regime asymptotique soit établi avant que le signal thermique atteigne la face arrière de l' éprouvette.

III - 1.1.4. Résultats expérimentaux

A) 1ère méthode

L'axe du thermocouple T_c (Av 1) est à 0,4 mm. du plan de la face exposée au flux . On lit sur la courbe III - 1.1.3 (a) la valeur de :

$$\frac{3x^2 - L^2}{L^2} = 0.298$$

L'axe du thermocouple T_c (Ar 1) est à 1 mm. du plan de la face isolée thermiquement . Dans ce cas x = 1 mm , x/L = 1/11 et $\frac{3x^2 - L^2}{6L^2} = 0.162$

On a ainsi obtenu en effectuant une moyenne sur les résultats de trois expériences les valeurs suivantes de la diffusivité .

$a = 1{,}16 \times 10^{-6}$ m^2/s (face exposée au flux)
$a = 1{,}22 \times 10^{-6}$ m^2/s (face isolée thermiquement)

Le calcul du terme correctif montre que , F_o étant voisin de 1 watt/cm^2 et $m \simeq 0{,}1$ ce n'est qu'à partir de t = 60s que le premier terme exponentiel négligé devient imperceptible sur l'enregistrement (0,2mm.) Or à ce moment là les pertes sur les faces Av et Ar commencent à devenir importantes et la courbe s'incurve . Il est donc difficile de tracer l' asymptote d'autant plus qu'une faible erreur sur la pente : p entraine une erreur importante sur l'ordonnée à l'origine q et par suite sur a .

Calcul d'erreur : $a = \frac{L^2}{u} \cdot \frac{P}{q} \left(\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6} \right)$

$$\frac{\Delta a}{a} \leq \frac{2\Delta L}{L} + \frac{\Delta\left(\frac{q}{p}\right)}{\frac{q}{p}} + \frac{\Delta\left|\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6}\right|}{\left|\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6}\right|}$$

or L = 11 mm. $\Delta L = 0.25$ mm.

$\frac{q}{p} \simeq 100$ mm. $\Delta\left(\frac{q}{p}\right) \simeq 3$mm. = 0.6 sec

Pour la face avant : $\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6} = \left(\frac{L-d}{2L^2}\right)^2 - \frac{1}{6} = 0{,}2984$ en posant

d = L - x = 0,4 mm.

et $\Delta\left(\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6}\right) = \Delta\left(\frac{x^2}{2L^2}\right) \simeq \Delta\left(\frac{d}{L}\right) < \frac{d}{L}\left[\frac{\Delta d}{d} + \frac{\Delta L}{L}\right] = 0,0$

avec $\Delta d = 0,3$ mm. = épaisseur du thermocouple : 0,2 mm + erreur sur la mesure de la position : 0,1 mm

Pour la face arrière : $\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6} = 0,162$ comme $x = 1$ mm et $\Delta x = 0,3$ mm

$$\Delta\left(\frac{x^2}{2L^2} - \frac{1}{6}\right) \leqslant \frac{x^2}{L^2}\left(\frac{\Delta x}{x} + \frac{\Delta L}{L}\right) < 2,7 \times 10^{-3}$$

Finalement on obtient pour la face avant $\frac{\Delta a}{a} \leqslant 18\ \%$

et pour la face arrière $\frac{\Delta a}{a} \leqslant 10\ \%$

Ainsi, si la valeur de la diffusivité est obtenue à partir du dépouillement des thermogrammes correspondant à la face isolée thermiquement on aura :

$$\boxed{a = (1,2 \pm 0,12) \cdot 10^{-6}\ m^2/s}$$

B) 2ième méthode :

On construit le thermogramme qui représente le logarithme décimal de la déviation y (en mm.) du millivoltmètre associé au thermocouple de la face arrière , en fonction de log t.

or $T = v \cdot y$ $\left(v = 16,26 \cdot (1+ 92/1000) \cdot \frac{1}{100} = 0,17756\right)$

ou 16,26°/m v = réponse du thermocouple

92 Ω et 1000 Ω. = résistances respectives r et R du thermocouple et du millivoltmètre associé

100 = facteur d'échelle du millivoltmètre

En appliquant cette méthode au dépouillement des trois expériences considérées dans le paragraphe précédent et en effectuant la moyenne des trois résultats obtenus , on obtient les valeurs de $a = 1,18 \times 10^{-6}\ m^2/s$ pour la diffusivité et de $F_o = 1$ watt $/cm^2$.

La dispersion maximale entre les trois résultats est inférieure à 3 % de la valeur moyenne .

Calcul d'erreur : $m = \frac{a\,\pi^2}{L^2} \Longrightarrow \frac{\Delta a}{a} = \frac{2\,\Delta L}{L} + \frac{\Delta m}{m}$

m est calculé à partir de son logarithme donc $\Delta(\log m) = \frac{1}{2,3}\,\frac{\Delta m}{m} \simeq 0,01$

donc $\frac{\Delta a}{a} < 7\%$. Dans ce calcul on ne tient pas compte du fait que la température mesurée n'est pas exactement celle de la face arrière ce qui explique en partie , que pour $t \leqslant 10$ secondes le thermogramme est trés en dessous du diagramme de référence auquel il coïncide pour les valeurs de $t > 10$ s . Cette divergence provient aussi du "retard" du thermocouple et elle est due aux mêmes causes que celles qui provoquent le retard à l'origine (§ III - 1.1.3.1.)

C) 3ième méthode :

, pour les trois mêmes expériences considérées précédemment , les thermogrammes donnant l'évolution du thermocouple T_c (Av 1) en fonction de $\sqrt{t}$. Ces thermogrammes sont confondus avec leur asymptote pour $1 \leqslant t \leqslant 9$ s.

On trouve $t_o \simeq 0,4$ s ce qui correspond à :

$$a = \frac{\pi x^2}{4\,t_o} = \frac{\pi \times 0,16 \times 10^{-6}}{4 \times 0,4} = 0,314 \times 10^{-6}\ m^2/s$$

Ce résultat est trés différent des résultats précédents et il sera justifié par le calcul d'erreur. Si l'on utilise la valeur F_o du flux sur la face avant, obtenue par la première méthode, pour calculer la diffusivité a à partir de la pente de l'asymptote et des valeurs de ρ et c on obtient , en effectuant la moyenne des résultats des trois expériences la valeur

$$a = 1,13 \times 10^{-6}\ m^2/s$$

Calcul d'erreur :

$$a = \frac{x^2\,\pi}{4\,t_o} \Longrightarrow \frac{\Delta a}{a} = \frac{2\,\Delta x}{x} + \frac{\Delta t_o}{t_o}$$

$x = 0,4$ mm. $\quad \Delta t_o = 0,5$ seconde

$\Delta x = 0,3$ mm. $\quad t_o = 0,4$ seconde $\quad \Longrightarrow \frac{\Delta a}{a} = 2,15$

Le calcul d'erreur n'a plus de signification quant à son résultat mais il montre bien que, dans le cas considéré, on peut faire des erreurs considérables sur a ce qui explique le résultat trouvé par la dernière méthode.

III - 1.1.5 Conclusions

On constate que la considération du régime asymptotique ou la superposition des courbes préconisée par M. VERNOTTE appliquées à la face isolée , donnent de bons résultats , résultats dont la précision pourrait être améliorée en :

- utilisant des fils de thermocouple plus fins (5/100 au lieu de 2/10 de mm.)
- utilisant un chauffage symétrique sur deux échantillons identiques, la sonde de température étant placée entre les échantillons .
- opérant sous vide pour supprimer les échanges par convection
- utilisant des flux calorifiques bien uniformes (la non uniformité du flux sur la face avant peut expliquer la différence de 10 % entre les flux calculés sur la face avant et sur la face arrière) . Sur la face avant on mesure le flux au centre du disque , flux qui est maximum . Sur la face arrière le flux a eu le temps de s'uniformiser et il y a eu des pertes par les faces latérales. On mesure donc une valeur moyenne inférieure à la valeur maximale .

La méthode de M.VERNOTTE présente l'avantage, sur celle du régime asymptotique, d'être valable même pour les temps brefs. Cependant on constate qu'en dessous de t = 8 s. il y a divergence entre le diagramme de référence et le thermogramme correspondant à cause du "retard" du thermocouple enregistreur et aussi de son mauvais positionnement . Il est d'ailleurs pratiquement impossible d'évaluer dans cette méthode l'erreur due à ce mauvais positionnement , erreur qui peut être , comme on l'a vue , trés importante.

Les résultats obtenus à partir des mesures faites sur la face exposée au flux sont beaucoup moins précis . La précision par rapport aux mesures effectuées sur la face arrière est deux fois moindre , dans le cas

de la méthode du régime asymptotique. Il faut s'assurer que le thermocouple est bien à la température que l'on veut déterminer c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'une part de résistance thermique de contact et d'autre part apport ou retrait de chaleur directement par rayonnement ou par conduction dans les fils de liaison , ce qui n'est pas vérifié si le thermocouple et les fils sont directement soumis au flux infrarouge.

Quant à la troisième méthode elle n'a été mentionnée qu'à titre indicatif , le thermocouple enregistreur étant trop prés de la surface pour que l'on puisse obtenir des résultats valables.

III - 1. 2. METHODE DU FLUX PERIODIQUE IMPOSE

III - 1. 2. 1. Modèle théorique et diagramme de référence

L'éprouvette sera assimilée à une plaque plane d'épaisseur 2 L dont les deux faces $x = -L$

$x = +L$

sont maintenues à la température $U_o \sin (n\omega t + \varepsilon)$

Les thermogrammes seront enregistrés en régime établi. Les équations du diagramme de référence correspondant à ce régime s'obtiennent en cherchant une solution de la forme :

$$T_x^t = U(x) \exp \left(j(n\omega t + \varepsilon) \right) \qquad (1)$$

de l'équation de la chaleur $\dfrac{\partial^2 T_x^t}{\partial x^2} - \dfrac{1}{a} \dfrac{\partial T_x^t}{\partial t} = 0 \qquad (2)$

$U(x)$ est une fonction de x seulement et n un entier positif

En remplaçant T_x^t dans (2) par l'expression (1) on obtient

$$\frac{\partial^2 u(x)}{\partial x^2} - \frac{n i \omega}{a} u(x) = 0 \qquad (3)$$

$$u(+L) = u(-L) = u$$

Le diagramme de référence T_x^t aura donc pour équation :

$$T_x^t = \theta_n(x) \sin (n\omega t + \varepsilon + \varphi(x)) \qquad (4)$$

avec :

$$\theta_n(x) = \text{Module} \left(u . \frac{\cosh \left(x . \left[\frac{\omega n}{2a} (1+j) \right]^{1/2} \right)}{\cosh \left(L \left[\frac{\omega n}{2a} (1+j) \right]^{1/2} \right)} \right) \qquad (5)$$

$$\varphi_n(x) = \text{Argument}\left(\frac{\cosh\left(x\left[\frac{\omega n}{2a}(1+j)\right]^{1/2}\right)}{\cosh\left(L\left[\frac{\omega n}{2a}(1+j)\right]^{1/2}\right)}\right) \qquad (6)$$

$\varphi_n(x)$ est le déphasage entre le signal émis sur la face de la plaque et entre le signal reçu à l'abscisse x comptée à partir du plan médian de la plaque.

$\Theta_n(x)$ représente l'amplitude de ce signal.

$n\omega$ est la pulsation du signal ($n\omega = 2\pi$ x fréquence = 2π/période)

j est le nombre imaginaire tel que $j^2 = -1$

III -1.2.2. Dispositif expérimental

On opère à des températures voisines de la température ambiante et dans des domaines de température suffisamment faibles pour pouvoir considérer les caractéristiques thermophysiques comme constantes.

On réalise selon la méthode exposée au §III-1.1. un disque de 1,6 mm. d'épaisseur et de 60 mm. de diamètre à partir d'un mélange de 118,3 g. de poudre de ZnS (cu) agglomérés par 10,7 g. de résine Rhodorsil. Ce disque est percé selon un diamètre dans son plan médian avec une méche de 0,5 mm. de diamètre.

On loge dans le conduit obtenu un thermocouple BTE CTE de manière à ce que la jonction soit au centre du disque . L'espace libre est comblé par du produit luminescent pateux qui aprés une deuxième cuisson maintient le thermocouple en place.

Les thermocouples sur les faces de l'éprouvette sont placés dans des rainures diamétrales.

Ils sont maintenus par de la colle "araldite" l'excés de colle lors de la mise en place ayant été enlevé par lissage avec une spatule .Les jonctions thermosensibles sont situées sur l'axe de révolution du disque échantillon.

Le disque est serré entre deux flasques identiques en laiton . Les flasques sont chauffés intérieurement par un fil résistant isolé "Thermocoax" parcouru par un courant périodique . Les thermocouples situés sur les faces de l'échantillon sont isolés électriquement des faces des flasques par une feuille de papier épais.

On assure ainsi en même temps une meilleure uniformite du flux thermique en régularisant la résistance de passage et en maintenant un bon contact mécanique par "absorption " des irrégularités de surface de l'éprouvette et du flasque (figure a)

Le courant périodique est obtenu avec un montage mécanique (figure b) dont le principe est la projection sur un axe d'un mouvement circulaire uniforme. Le curseur mobile d'un autotransformateur est relié par l'intermédiaire d'une poulie (4) et d'un cable (2) à un arbre (3) animé d'un mouvement de translation sinusoïdale . En effet à cet arbre est fixée orthogonalement une tige (8) sur laquelle vient rouler un galet (5) fixé sur un bras (6) lui-même entrainé par un moteur (7) d'un mouvement circulaire uniforme. La tension du cable est assurée par un ressort spiral (9) solidaire de la poulie et du chassis de l'autotransformateur . Un potentiomètre monté en paralléle sur l'enroulement chauffant le plus résistant , permet de réaliser l'égalité entre les puissances calorifiques recues par les faces du disque.

Dans ce cas les valeurs moyennes des températures enregistrées sur les deux faces sont les mêmes.

On s'assure que les pertes latérales sont négligeables en vérifiant que la température moyenne dans le plan médian du disque est égale à la température moyenne des faces.

Les échanges calorifiques des flasques avec l'extérieur peuvent être intensifiés en envoyant sur ceux-ci des débits d'air variables au moyen de ventilateurs associés à des conduits cylindro-coniques. On montre (appendice 6) que l'on augmente ainsi l'amplitude de variation de la température, la puissance électrique fournie aux flasques étant elle aussi corrélativement accrue pour maintenir la même température moyenne.

III - 1.2.3. Enregistrement et dépouillement des thermogrammes

Les f.e.m des thermocouples placés respectivement au centre de l'échantillon et sur les deux faces sont enregistrées avec un potentiomètre MECI "SPEEDOMAX" à plusieurs voies.

Si au point B sur une des faces de l'échantillon x = L on enregistre le signal $U \sin (n\omega t + \varepsilon)$ on enregistrera au centre de l'échantillon d'abscisse x = o un signal $\theta_{n,o} \sin (n\omega t + \varepsilon + \varphi_{n,o})$
et en B' d'abscisse x le signal $\theta_{n,x} \sin (n\omega t + \varepsilon + \varphi_{n,x})$

Le déphasage entre les signaux observés en B' et en O e.

$$\Delta\phi = \varphi_{n,x} - \varphi_{n,o}$$

On posera $\alpha_n = (\omega_n/2a)^{1/2} = (n\pi/a\tau)^{1/2}$ (τ = période du signal)

$$\theta_{n,x} = \theta'_n \quad , \theta_{n,o} = \theta_n \quad , \varphi_{n,x} = \varphi'_n \quad , \varphi_{n,o} = \varphi_n$$

D'aprés la formule (6)

$$\varphi'_n = \mathrm{Arg}\,\frac{ch\left(x\sqrt{\frac{\omega_n}{2a}}(1+j)\right)}{ch\left(L\sqrt{\frac{\omega_n}{2a}}(1+j)\right)} = \mathrm{Arg}\left[ch(\alpha_n x(1+j))\right] - \mathrm{Arg}\left[ch(\alpha_n L(1+j))\right]$$

$$\varphi'_n = \mathrm{Arctg}\,\frac{sh(\alpha_n x)\sin(\alpha_n x)}{ch(\alpha_n x)\cos(\alpha_n x)} - \mathrm{Arctg}\,\frac{sh(\alpha_n L)\sin(\alpha_n L)}{ch(\alpha_n L)\cos(\alpha_n L)}$$

Au point x = o $\quad \varphi_n = \mathrm{Arctg}\,\frac{sh(\alpha_n L)\sin(\alpha_n L)}{ch(\alpha_n L)\cos(\alpha_n L)}$

Donc $\quad \Delta\varphi_n = \varphi'_n - \varphi_n = \mathrm{Arctg}\left[th(\alpha_n x)\,tg(\alpha_n x)\right] \qquad (7)$

Pour déterminer la valeur de α_n à partir du déphasage $\Delta\varphi_n$ il faut résoudre l'équation précédente . On peut alors effectuer un dévelop pement en série convergente car $\alpha x < 1$

$$tg\,\Delta\varphi_n = (\alpha_n x)^2\left[1 + \frac{7}{45}(\alpha_n x)^4 - o(x^8)\right] \qquad (8)$$

et déterminer $(\alpha_n x)^2$ par itération . On peut aussi construire le dia- gramme théorique $\Delta\phi_n(\alpha_n x)$ et chercher graphiquement la solution.

III - 1.2.3.1. Détermination du déphasage par l'ana- lyse harmonique

Les signaux enregistrés n'étant pas rigoureusement sinusoïdaux , on décomposera les thermogrammes enregistrés au centre T^t et au voisinage de l'un ou l'autre des deux faces T'^t en séries de Fourier

$$T^t = A_o + A_1\cos\omega t + A_2\cos 2\omega t + \ldots\ldots + A_{n-1}\cos(n-1)\omega t$$
$$+ B_1\sin\omega t + B_2\sin 2\omega t + \ldots\ldots + B_{n-1}\sin(n-1)\omega t$$

$$T'^t = A'_o + A'_1\cos\omega t + A'_2\cos 2\omega t + \ldots\ldots + A'_{n-1}\cos(n-1)\omega t$$
$$+ B'_1\sin\omega t + B'_2\sin 2\omega t + \ldots\ldots + B'_{n-1}\sin(n-1)\omega t$$

On verra en appendice 7 une méthode pratique de calcul de ces coefficients [23]

On transforme ces sommes en une série de cosinus ou de sinus :

$$T^t = A_o + C_1\cos(\omega t - \phi_1) + C_2\cos(2\omega t - \phi_2) + \ldots + C_{n-1}\cos\left((n-1)\omega t - \phi_{n-1}\right)$$

$$T'^t = A'_o + C'_1\cos(\omega t - \phi'_1) + C'_2\cos(2\omega t - \phi'_2) + \ldots + C'_{n-1}\cos\left((n-1)\omega t - \phi'_{n-1}\right) \quad (9)$$

dont les coefficients ϕ_n et C_n sont reliés aux A_n et B_n par les relations :

$$(10) \quad \begin{aligned} \phi_n &= \text{Arc tg } B_n/A_n \\ C_n &= \sqrt{A_n^2 + B_n^2} \end{aligned}$$

Les ϕ sont définis à une constante additive prés qui dépend de l'origine choisie pour la décomposition en série de Fourier. On peut alors écrire :

$$\Delta\varphi_1 = \varphi_{1,x} - \varphi_{1,o} = \varphi'_1 - \varphi_1 = \Delta\phi_1 = \phi'_1 - \phi_1$$

$$\Delta\varphi_{n-1} = \varphi_{n-1,x} - \varphi_{n-1,o} = \varphi'_{n-1} - \varphi_{n-1} = \Delta\phi_{n-1} = \phi'_{n-1} - \phi_{n-1}$$

$\text{tg}\,\Delta\phi$ sera calculée de manière précise par la formule :

$$\text{tg}\,\Delta\phi = \text{tg}(\phi' - \phi) = \frac{\text{tg}\,\phi' - \text{tg}\,\phi}{1 + \text{tg}\,\phi'.\text{tg}\,\phi}$$ et la relation (8) permettra de déterminer $\alpha_n x$ puis $a = \dfrac{\omega_n}{2(\alpha_n)^2}$ (11)

La valeur de a trouvée doit être la même quelque soit l'ordre n de l'harmonique considéré. Mais les signaux utilisés étant proches du signal sinusoïdal fondamental (n=1) seul le premier harmonique aura une valeur suffisante pour que l'on puisse effectuer une vérification.

III 1.2.4. Résultats numériques

Les résultats de deux expériences ont conduit aux valeurs suivantes de a : $a = 0.89\text{x}10^{-6}\,m^2/s$

$a = 0.91\text{x}10^{-6}\,m^2/s$ soit à la valeur moyenne $a = 0.90\text{x}10^{-6}\,m^2/s$

L'appendice 8 comporte le détail des calculs effectués lors du dépouillement de l'une d'entre elles.

Calcul d'erreur

On suppose que la valeur de la diffusivité a été obtenue à partir du fondamental (n=1) ce qui est le cas le plus favorable.

Dans ce cas $a \simeq \frac{\pi x^2}{\tau \, tg \Delta\varphi_1}$ et $\frac{\Delta a}{a} = \frac{2\Delta x}{x} + \frac{\Delta\tau}{\tau} + \frac{\Delta(tg\,\Delta\varphi_1)}{tg\,\Delta\varphi_1}$

Comme $\frac{\Delta\tau}{\tau} = 1/100$, $x = 8\,mm$, $\Delta x = 0{,}8\,mm$, et $\Delta A_j = \Delta B_j = \Delta A = 0{,}05\,cm$

Alors $\frac{\Delta(tg\,\Delta\varphi_1)}{tg\,\Delta\varphi_1} \leq \frac{\Delta(A'_1 B_1 - B'_1 A_1)}{A_1 A'_1 + B_1 B'_1} \leq \frac{\Delta(A'_1 B_1 - B'_1 A_1)}{A'_1 B_1 - B'_1 A_1} - \frac{\Delta(A_1 A'_1 + B_1 B'_1)}{A_1 A'_1 + B_1 B'_1}$

$\leq \frac{\Delta A\,[A_1 + A'_1 + B_1 + B'_1]}{A'_1 B_1 - B'_1 A_1} - \frac{\Delta A\,[A_1 + A'_1 + B_1 + B'_1]}{A_1 A'_1 + B_1 B'_1} = 0{,}05$

et $\frac{\Delta a}{a} \leq 26\,\%$

Donc $\boxed{a = 0{,}90 \pm 0{,}24 \times 10^{-6}\ m^2/s}$

III -1.2.5. Conclusions

On constate que la principale source d'erreur est due à l'incertitude sur la position des thermocouples : 20 % . On pourrait améliorer la précision en prenant des thermocouples de 1/10mm. de diamètre et en utilisant deux pastilles identiques accolées chauffées symétriquement.

Cette méthode est de toutes façons moins précise et d'une mise en oeuvre beaucoup plus délicate que celle du flux continu . En effet elle nécessite :

-une mise en régime thermique assez longue : plusieurs heures
-une mise en place des 3 thermocouples , trésdélicate si l'on veut une bonne précision
-un ajustement entre les flux calorifiques absorbés par les faces , long et difficile à réaliser
-une décomposition en série de Fourier de l'enregistrement . En effet par suite du jeu dans les engrenages et du fait que le moteur d'entrainement a tantôt à vaincre et tantôt est aidé par la tension du cable provoquée par le ressort spiral, l'enregistrement n'est pas parfaitement sinusoïdal.

Le dépouillement est donc assez long. Il est difficile de mesurer avec une grande précision un déphasage et dans le cas étudié l'erreur due au dépouillement est prés du tiers de celle due à la mesure elle même.

III -1.3. MESURE DE LA DIFFUSIVITE D'UNE RESINE SILICONE LIQUIDE

III - 1.3.1. Introduction

On veut mesurer la diffusivité thermique de la résine silicone commercialisée par la Société RHONE POULENC sous le nom de RHODORSIL , résine 6302 qui est utilisée comme agglomérant des poudres de cristaux luminescents lors de la constitution des revêtements. Dans ce but on utilise la méthode du fil chaud en régime transitoire , méthode qui consiste à suivre l'évolution thermique d'un fil chauffé par effet Joule plongé dans le liquide à étudier.

Cette méthode qui, on le verra , est d'une mise en oeuvre trés simple donne de bons résultats dans la mesure où les expériences ne sont pas perturbées par la convection naturelle.

L'échange de chaleur par convection naturelle peut-être représenté par une loi de la forme $Nu = f(Gr, Pr)$ ou

Nu = nombre de Nusselt = $\frac{H \times D}{k}$

Pr = nombre de Prandt = $\frac{\mu \times C_p}{k}$

Gr = nombre de Grashoft = $\frac{\rho^2 g \beta}{\mu^2}(T - T^\infty) = \frac{g \beta (T - T^\infty)}{\nu^2}$

avec :
- D = dimension caractéristique du fil
- g = intensité du champ de la pesanteur
- ρ = masse volumique
- k = conductivité thermique
- β = coefficient de dilatation
- μ = viscosité cinématique

} du fluide baignant le fil

- T = température moyenne du fil
- T^∞ = température du fluide
- H = coefficient d'échange local

Le calcul préliminaire du nombre de Grashoft nécessitait la connaissance de la viscosité de la résine utilisée. Cette viscosité a été mesurée au moyen d'un viscosimétre à mobile cylindrique tournant, type DRAGE

On a constaté que la résine était un liquide newtonien et que sa viscosité décroissait rapidement avec la température (fig a)

A la température de 20° , μ = 2 Poises = 0,2 Poiseuille (pour l'eau $\mu_{20°} = 10^{-2}$ Poise)

Le coefficient de dilatation β défini par la relation $\rho_2 = \rho_1(1-\beta(T_2-T_1))$ est égal à $0{,}83 \times 10^{-3}$

La masse volumique étant de 1.300 kg/m3 on trouve alors :

$$\nu = \mu/\rho = \frac{0.2}{1.3 \times 10^{-3}} = 1{,}5 \times 10^{-4}\ m^2/s$$

Avec les valeurs précédentes et $T - T^{\infty} = 10°$ on obtient $Gr = 3.5 \times 10^6$

Les phénomènes de convection naturelle seront donc beaucoup moins importants que pour un liquide tel que l'eau. Effectivement nous n'avons pas observé de tels phénomènes dans nos expériences étant donné par ailleurs leur faible durée ($< 12s$) et le faible échauffement du fil. Ces phénomènes auraient en effet conduit à des thermogrammes d'autant plus différents des diagrammes de référence que la durée de l'expérience était importante.

III - 1.3.2. Equation du diagramme de référence [24]

On assimilera en première approximation le fil chauffant à une source linéaire continue infiniment mince et on utilisera la notion de source ponctuelle instantanée de chaleur.

L'équation différentielle de la chaleur $\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{a}\frac{\partial T}{\partial t}$ est satisfaite par :

$$T_M^t = \frac{Q}{8(\pi a t)^{3/2}} \exp\left[-((x-x')^2+(y-y')^2+(z-z')^2)/4at\right] \quad (1)$$

La quantité totale de chaleur dégagée dans tout l'espace est :

$$Q\rho c = \iiint_{-\infty}^{+\infty} \rho c\, T\, dx\, dy\, dz$$

Quand $t \to 0$ $T_M^t \to 0$ sauf au point $M' \left|\begin{matrix} x' \\ y' \\ z' \end{matrix}\right.$ où $T_{M'}^{t\to 0} \longrightarrow \infty$

La solution précédente peut donc être considérée comme la température dans un solide infini due à la libération instantanée au temps t=o et au point $M' \left|\begin{matrix} x' \\ y' \\ z' \end{matrix}\right.$ de la quantité de chaleur $Q\rho c$

La solution (1) est appelée la température due à une source ponctuelle instantanée de puissance Q à x' y' z' et à t=o

Supposons alors que l'on aie une distribution de sources ponctuelles instantanées de puissance $Q\, d\, z'$ au point z' le long d'une ligne parallèle à l'axe des z et passant par le point $M' \left|\begin{matrix} x' \\ y' \\ z' \end{matrix}\right.$

La température obtenue par intégration de (1) est

$$T_r^t = \frac{Q}{8(\pi a t)^{3/2}} \int_{-\infty}^{+\infty} \exp\left[-\left((x-x')^2+(y-y')^2+(z-z')^2\right)/4at\right] dz'$$

si l'on pose $r^2 = (x-x')^2 + (y-y')^2$ on obtient :

$$T_r^t = \frac{Q}{4\pi at} \exp(-r^2/4at) \qquad (2)$$

Supposons maintenant que la chaleur soit libérée à partir du temps t = o au taux $\rho c\, \Phi(t)$, par unité de temps et de longueur d'une ligne parallèle à l'axe de z et passant par le point M' $\begin{vmatrix} x' \\ y' \end{vmatrix}$

En intégrant la relation (2) par rapport au temps on obtient

$$T_r^t = \frac{1}{4\pi a} \int_0^t \Phi(t') \exp\left(-\frac{r^2}{4a(t-t')}\right) \cdot \frac{dt'}{(t-t')}$$

Si $\Phi(t) = q$ constant alors $T_r^t = \frac{q}{4\pi a} \int_{r^2/4at}^{\infty} \frac{\exp(-u)}{u} du = -\frac{q}{4\pi a} Ei\left(\frac{-r^2}{4at}\right)$

où $Ei(x) = -\int_x^{\infty} \frac{\exp(-u)}{u} du$ (3)

Pour les petites valeurs de x

$$Ei(-x) = \gamma + \mathrm{Log}\, x - \frac{1}{4}x^2 + o(x^3) \qquad (4)$$

$\gamma = 0{,}5772$ est la constante d'Euler . Ainsi pour les grandes valeurs de t

$$T_r^t = \frac{q}{4\pi a} \mathrm{Log}\frac{4at}{r^2} - \frac{\gamma q}{4\pi a}$$ qui s'écrit en posant $Q = \rho . c . q$

$$T_r^t = \frac{Q}{4\pi k}\left[\mathrm{Log}\frac{4at}{r^2} - \gamma\right] \qquad (5)$$

si le fil a un rayon fini $r = r_o$ petit, une bonne approximation de la température du fil est donnée par :

$$(6) \quad \boxed{T_{r_o}^t = \frac{Q}{4\pi k}\left[\mathrm{Log}\frac{4at}{r_o^2} - \gamma\right]}$$

III - 1.3.3. Dispositif experimental

Il comprend essentiellement une enceinte cylindrique, réservoir de résine , dont l'axe est matérialisé par le fil chauffant .

L'enceinte cylindrique est constituée par un tube d'acier inoxydable de 60 mm. de diamètre et de 150 mm. de longueur , fermé à ses deux extrémités par deux couvercles en plexiglass dont l'un est collé par de

l'araldite pour assurer une bonne étanchéité . Le fil chauffant est un fil de cuivre de 2/10 de mm. de diamètre soudé dans un trou axial pratiqué dans deux tiges filetées .L'une d'entre elles est vissée au centre du disque de plexiglass constituant le fond de l'enceinte , l'autre peut coulisser dans un alésage pratique dans le couvercle supérieur . La rigidité du fil de cuivre est alors assurée par la tension exercée par un ressort spiral concentrique à la tige filetée mobile , prenant appui sur le couvercle et sur un écrou solidaire de la tige (fig. a)

L'enceinte est remplie de résine de manière à ne pas laisser de surface libre (pour limiter les phénomènes de convection) Le fil chauffant constitue l'une des branches d'un pont de Wheastone alimenté sous une tension de 24 volts continus (cf. chap. I -2.) Le déséquilibre de ce pont dû à la variation de résistance du fil chauffant est amplifié par un amplificateur - adaptateur d'impédance (type AT 300 B distribué par SEDEME) et est enregistré au moyen d'un enregistreur rapide photographique à faisceau ultraviolet (marque SCHLUMBERGER) équipé de galvanomètres crayons (type SMI/A)

Le coefficient de température du fil de cuivre "sonde" a été déterminé en mesurant la résistance d'une longueur de 20cm. de fil à température ambiante (26°) et à 100° (le fil est plongé dans la vapeur) .

$$\alpha = \frac{R_{100} - R_{26}}{100\,R_{26} - 26\,R_{100}} \simeq 4 \times 10^{-3}$$

Les mesures statiques de résistance et d'intensité ont été effectuées à l'aide d'un potentiomètre P12 de marque AOIP associé à une résistance étalon de 0,1 Ω . Les enregistrements de la tension aux bornes du pont et de la tension aux bornes d'une résistance étalon de 1/1000e d'ohm montée en série avec le fil étalon (ce qui permettait de calculer l'intensité) ont été obtenus avec deux enregistreurs Graphispot type GRVAC (marque SEFRAM)

III -1.3.4. Enregistrement et dépouillement des thermogrammes

L'équation du thermogramme enregistré est d = f(t) ou d est la déviation du galvanomètre .

Le galvanomètre est shunté par une résistance du circuit extérieur égale à sa résistance critique : 250 Ω (facteur d'amortissement = 0,64) .

L'amplificateur a une impédance de sortie négligeable . Son gain n'est pas étalonné car sur la position "étalon" le bruit de fond est trop important .

On étalonne donc l'ensemble amplificateur enregistrement la déviation du spot lumineux sur l'enregistrement lorsqu'on applique une tension connue à l'entrée de l'amplificateur . L'amplificateur ayant une impédance d'entrée trés grande ($10^{6}\Omega$) devant l'impédance du pont vue des bornes A et B , on obtient donc si ΔV est le déséquilibre du pont et d'aprés les formules et les notations du § I -2.6.

$$\Delta T = T - T_a = \frac{\Delta V (R+r')^2}{E R \alpha r'_0 - \alpha (R+r') r'_0 \Delta V} = \frac{\Delta V (R+r')^2}{\alpha r'_0 R [E - \Delta V (R+r')/R]}$$

T_a = température d'équilibrage du pont = température initiale de la résine mesurée avec un thermomètre au mercure à $\pm$ 1/10°C

R = résistance de tête du pont

$r' = r'_c + r'_o(1+\alpha T_a)$ = résistance du fil sonde à T_a, y compris les résistances de contact r_c

r'_o = résistance du fil sonde à 0°

α = coefficient de température du métal (cuivre) du fil sonde = 4×10^{-3}

D'autre part l'étalonnage de la chaine d'enregistrement a permis de calculer la valeur du rapport $\frac{\Delta V}{d_{galvanomètre}}$.

Enfin, le rapport du pont n, étant supérieur à 90 et comme ΔT max. $\leq 10°$ ($\Delta V \leq 10 mV$) la relation $\Delta T = f(\Delta V)$ est linéaire à mieux de 1 % prés.

Le thermogramme d = f(t) se déduira donc par simple affinité du diagramme de référence $\Delta T = f(t)$.

Pour t suffisamment grand , ce diagramme de référence est une droite d' expression $T^t = \frac{Q}{4\pi k}\left[\text{Log}\frac{4at}{r_o^2} - \gamma\right]$

$$= \frac{Q}{4\pi k} \text{Log}(4at/c r_o^2) \quad (7) \text{ avec } c = \exp(\gamma) = 1{,}7811$$

Si $M_1 \begin{vmatrix} T_1 \\ t_1 \end{vmatrix}$ et $M_2 \begin{vmatrix} T_2 \\ t_2 \end{vmatrix}$ sont deux points de cette droite , on obtient :

$$\text{Log}(4a/c r_o^2) = \frac{T_2 \text{Log} t_1 - T_1 \text{Log} t_2}{T_1 - T_2} \quad (8)$$

ce qui permet de calculer la diffusivité a de la résine connaissant le rayon r_o du fil chauffant .

La quantité moyenne Q_m de chaleur libérée par unité de longueur et de temps est :

$$Q_m = \frac{1}{L\,\Delta t} \int_0^{\Delta t} V I \, dt \qquad (9)$$ ou

Δt est la durée de l'expérience
V la tension aux bornes du fil étalon
I l'intensité parcourant le fil

comme l'échauffement est faible (inférieur à 10°C) la variation de résistance est négligeable l'intensité est constante et on peut écrire en faisant une erreur relative , inférieure à 2%

$$Q_m = \frac{I^2}{\sigma \pi r_o^2} \left(1 + \alpha \frac{T_a + T_f}{2}\right)$$ ou

σ est la conductivité électrique du cuivre
T_a est la température initiale du fil chauffant
T_f est sa température finale à $t + \Delta t$

La conductivité k de la résine sera alors calculée d'aprés la formule :

$$k = \frac{(\log t_1 - \log t_2)\, Q_m}{4 \pi^2 r_o^2 (T_2 - T_1)} \qquad (10)$$

Remarque : Il est possible de calculer rigoureusement Q_m en enregistrant la tension V aux bornes du fil chauffant et l'intensité I parcourant ce fil en relevant la tension aux bornes de la résistance étalon de $1/1000\,\Omega$ montée en série avec lui. On commettra cependant une erreur due au fait que la théorie précédente suppose que Q est constant pendant la durée de l'expérience.

III -1.3.5. Résultats numériques

La courbe a représente la transposition dans le systéme d'axes (T, log t) du thermogramme enregistré : $d = f(t)$

on obtient avec $L = 145{,}5 \pm 0{,}5$ mm
$r_o = 0{,}09 \pm 0{,}005$ mm

$$\log \frac{4a}{c\, r_o^2} = 1{,}2674$$

et $$\boxed{a = 1{,}02 \times 10^{-7}\ m^2/s}$$

D'autre part comme $\alpha = 4 \times 10^{-3}$

$1/\sigma = 1{,}7 \times 10^{-8}\ \Omega.m$

$T_1 = T_a = 21{,}2°C$, $\log t_1 = -0{,}8$

$T_2 = T_f = 33{,}3°C$, $\log t_2 = 1{,}2$

$I = 2{,}75 \pm 0{,}01$ A

alors $\boxed{k = 0{,}208 \text{ watt } m^{-1} \text{ °C}^{-1}}$ (0,241 Kcal/heure/m)

et $C_p = \frac{k}{\rho a} = 1570$ J/Kg.

Calcul d'erreur

A) Diffusivité

$$\text{Log } 4a/c r_o^2 = \text{Log } X = (T_2 \text{ Log } t_1 - T_1 \text{ Log } t_2)/(T_1 - T_2)$$

$$\Delta X/X = \frac{\Delta [T_2 \text{Log} t_1 - T_1 \text{Log} t_2]}{T_1 - T_2} \leq (\text{Log } t_1 - \text{Log } t_2)\Delta T/(T_1 - T_2) < 0{,}5 \Delta T$$

Dans ce calcul on a négligé l'erreur commise sur le temps car elle est trés petite devant celle commise sur T et on a fait l'hypothèse que $\Delta(T_2) = \Delta(T_1) = \Delta T = 0{,}10°$

Finalement avec les valeurs de T_1, T_2, t_1, t_2, ΔT précédentes on obtient :

$$\Delta X/X \leq 5/100 \qquad \text{Donc} \quad \frac{\Delta a}{a} \leq 2 \frac{\Delta r_o}{r_o} + \frac{\Delta X}{X} < 16\ \%$$

et $\boxed{a = 1 \pm 0{,}16 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}}$

B) Conductivité

$$\frac{\Delta k}{k} \leq \frac{\Delta(T_2 - T_1)}{T_2 - T_1} + 2 \frac{\Delta r_o}{r_o} + 2 \frac{\Delta T}{T} < 0{,}22$$

$\boxed{k = 0{,}21 \pm 0{,}045 \text{ Watt/m}}$

III - 2. MESURE DES TEMPERATURES VARIABLES AU MOYEN DE REVETEMENTS LUMINESCENTS ETUDE DE LA QUANTITE DE LUMIERE LIBEREE PENDANT UN CHOC THERMIQUE

III -2.1. INTRODUCTION

Considérons une évolution reproductible à volonté de la température d'une surface . Nous voulons mesurer cette évolution de température et pour cela nous déposons un revêtement de produit luminescent sur la surface . L'appareil d'analyse qui recueille la lumière émise par ce revêtement sous excitation ultraviolette fournit un signal électrique E(t) .

En régime thermique stationnaire il est possible en utilisant les courbes d'étalonnage des méthodes de couleur ou de phosphorescence , de déterminer la température T du support à partir du signal électrique E . Cette température est connue à l'incertitude ΔT prés ou ΔT est l'écart maximum possible entre la température réelle de la surface et la température mesurée.

Le but de notre étude est de déterminer quelles doivent être les caractéristiques de l'évolution T(t) à mesurer, pour que l'on puisse en utilisant le photothermomètre et les méthodes de dépouillement du régime stationnaire, déterminer à chaque instant la température de la surface avec une erreur comparable à celle qui est inhérente à toute mesure en régime stationnaire.

III -2.2. ETUDE DU PHOTOTHERMOMETRE EN TANT QUE SYSTEME DE COMMANDE EN CHAINE OUVERTE

Pour résoudre le problème posé, il faut connaître la relation qui existe entre la température de la surface avant la mesure et le signal électrique fourni par le photothermomètre. Cette relation est réalisée par l'ensemble revêtement-appareil d'analyse qui constitue ce que l'on appelle un système de commande. La température T(t) constitue l'entrée = e(t) du système et le signal électrique E(t) sa sortie = s(t) . Cette relation se représente par le diagramme symbolique de la figure a, ce qui correspond à l'existence entre l'entrée e et la sortie s d'une relation fonctionnelle $F(e,s) = 0$.

Le système de commande est composé de deux sous systèmes physiques principaux le revêtement et l'appareil d'analyse qui correspondent chacun à un ou plusieurs systèmes fonctionnels.

L'appareil d'analyse dont l'élément essentiel est le photomultiplicateur (P.M) transforme le signal lumineux émis par le revêtement en signal électrique d'amplitude proportionnelle à l'intensité du signal lumineux . Ses performances sont a priori connues et nous ne l'avons par conséquent pas étudié en détail .

Le rôle du revêtement est double , et il peut être assimilé à celui de deux sous-systèmes fonctionnels indépendants montés en série .

Le premier sous-système ($T \longrightarrow T$) correspond à la transformation de la température $T(t)$ de la surface du support, qui devient $T_o(t)$ aprés le dépôt du revêtement , et à l'acquisition par chaque point M du revêtement d'une température $T_1(xt)$ (x est la distance du point M à la surface visible , mesurée sur la normale à cette surface)

Le deuxième sous-système ($T \longrightarrow L$) correspond à l'émission par les couches superficielles du revêtement d'un signal lumineux $L(t)$ fonction en première approximation, de la température $T_1(0, t)$ de la surface visible du revêtement .

III -2.2.1. Analyse du système : "$T \longrightarrow T$"

Le calcul rigoureux de $T_c(t)$ n'est possible que si l'on connait tous les paramètres permettant de caractériser l'état thermique du système composé par la surface et le revêtement . Il en résulte que le calcul direct de $T(t)$ est donc aussi possible et la mesure devient sans objet .

Les mesures n'auront donc un sens que dans les cas ou l'on peut identiquer $T_o(t)$ et $T(t)$. Nous avons vu dans la première partie que cette identité était vérifiée pour des revêtements de faible résistance thermique et de capacité calorifique trés inférieure à celle de la surface support.

Dans ces conditions la température $T(t)$ de la surface peut-être considérée comme une variable indépendante et la température du revêtement est reliée à la température de la surface par l'équation de la chaleur qui est une équation aux dérivées partielles linéaires et à coefficients constants (dans un intervalle de température suffisamment restreint).

Les conditions aux frontières du revêtement sont supposées être celles aussi linéaires : température imposée ou gradient de température proportionnel à l'écart entre la température de la frontière et du milieu extérieur.

On peut alors introduire une fonction de transfert "thermique" $H(x,p)$ telle que si $\bar{T}_1(x,p)$ est la transformée de Laplace de $T_1(x,t)$ et $\bar{T}(p)$ celle de $T(t)$ on puisse écrire $\bar{T}_1(x,p) = H(x,p) \cdot \bar{T}(p)$ (1)

Le système $T \longrightarrow T$ est un système linéaire et $H(x,p)$ est la fonction de transfert de ce système .

La température $T_1(o,t)$ de la surface visible s'obtiendra en faisant $x = o$ dans la relation précédente .

En réalité l'émission lumineuse du revêtement ne provient pas uniquement de la couche $x = o$. Pour des revêtements minces ($e \leqslant 60$ microns) il sera tout autant valable de considérer que l'émission lumineuse d'un revêtement est celle d'une couche de même épaisseur e et de température uniforme égale à la température moyenne $T_1^m(t)$ du revêtement .

Or $T_1^m(t) = \frac{1}{e} \int_o^e T_1(x,t)\, dx$ et par conséquent

$$\bar{T}_1^m(p) = \frac{1}{e} \int_o^e H(x,p) \cdot \bar{T}(p)\, dx = H^m(p) \cdot T(p) \qquad (2)$$

On a vu au paragraphe I -4.3.1. que la température moyenne d'un revêtement consécutive à un choc thermique d'amplitude θ avait pour expression

$$\frac{T_1^m}{\theta} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp\left(-\frac{a\pi^2 t}{2}\right) \left[1 + \frac{1}{9} \exp\left(-\frac{8 a \pi^2}{e^2} t\right) + \ldots\right]$$

Pour un revêtement d'épaisseur $e = 31$ microns et pour des temps t supérieurs à 5×10^{-4} s , cette expression peut s'écrire :

$T_1^m/\theta \simeq 1 - 0{,}81 \exp(-2500t) = 1 - (1 - \tau'/\tau) \exp(-t/\tau)$

ou $\tau = 4 \times 10^{-4}$ s

ou $\tau' = 0{,}2 \times \tau = 0{,}8 \times 10^{-4}$ s

La fonction de transfert $H^m(p)$ est donc de la forme $\frac{1 + \tau' \cdot p}{1 + \tau \cdot p}$: c'est la fonction de transfert d'un système du premier ordre généralisé, à retard de phase τ' et de constante de temps τ proportionnelle au carré de l'épaisseur du revêtement .

III -2.2.2. Analyse du système "T $\longrightarrow$ L"

Le signal thermique $T_1^m(t)$ est ensuite transformé en signal optique $L(t)$. Mais le domaine de linéarité du système "T $\longrightarrow$ L" est beaucoup

plus restreint que celui du systéme "T ⟶ T". En effet, la courbe de nance en régime permanent $L_{t=\infty}(T)$ présente dans l'intervalle de température étudié une courbure accentuée. On peut cependant subdiviser cet intervalle en domaines de faible amplitude dans lesquels il est possible de linéariser le système avec une bonne approximation ce qui revient à assimiler la courbe de luminance $L_{t=\infty}(T)$ à une succession de lignes brisées dont les points d'intersection sont les bornes des domaines de linéarité.

Dans chacun de ces domaines on pourra de même que précédemment définir une fonction de transfert "optique" Gi (p) telle que si $\bar{L}(p)$ est la transformée de Laplace de la luminance L(t) du revêtement on ait alors :

$$\bar{L}(p) = Gi(p) \times \bar{T}_1^{\,m}(p) \qquad (3)$$

(i est un indice caractérisant le domaine de linéarité considéré)

En remplaçant dans cette expression $\bar{T}_1^{\,m}(p)$ par sa valeur déduite de la relation (1) on obtient :

$$\bar{L}(p) = Gi(p) \times H^m(p) = Ki(p) \times \bar{T}(p) \qquad (4)$$

III -2.2.3. Définition du "domaine d'utilisation" [17] [18]

Les fonctions de transfert définies précédemment sont valides à l'intérieur d'un domaine de température mais aussi de fréquence. Si l'on considére la fréquence ω de l'entrée comme abscisse et l'amplitude (logarithmique) e de l'entrée comme ordonnée , le domaine de linéarité est la surface du plan (ω , e) qui est située entre les deux horizontales correspondant respectivement au seuil de sensibilité et à la saturation et les deux verticales correspondant à la limite inférieure (zéro) et à la limite supérieure F du domaine de fréquence (figure a)

Pour des systémes que l'on peut schématiser comme des filtres passe bas avec une fréquence de coupure F_c le domaine de linéarité est approximativement un rectangle subdivisé lui-même en un rectangle d'utilisation au-dessous de F_c et une zone ou le systéme fonctionne de manière linéaire mais où il étouffe les entrées. Le rectangle d'utilisation est donc la zone du domaine de linéarité ou la fonction de transfert se réduit à une constante appelée gain du systéme. Notre problème se ramène donc à la détermination de la fréquence de coupure F_c. Dans le cas présent nous ne déterminerons pas une fréquence mais une vitesse de chauffe V_c que l'on appellera vitesse de chauffe critique. Ceci revient à assimiler l'entrée à une succession de rampes au lieu de la considérer comme une somme de fonctions harmoniques .

En définitive la détermination de V_c consiste à étudier la réponse à une rampe du photothermomètre en tant que système linéaire composé par les systèmes linéaires : revêtement et appareil d'analyse montés en cascade et par l'opérateur multiplicatif représenté par la courbe d'étalonnage . V_c est la borne supérieure du domaine ou ce système peut-être considéré comme de gain unité. Pratiquement on obtiendra cette borne en augmentant la pente de la rampe jusqu'à la valeur V_c de la vitesse de chauffe pour laquelle l'écart maximal entre l'entrée et la sortie est égal à l'incertitude tolérée, ΔT. Or on sait que la réponse à une rampe est égale pour un système linéaire, au produit de la pente de la rampe par l'intégrale de la réponse à un échelon de température unité. La connaissance de la réponse à l'échelon unité permettra donc de résoudre simplement le problème posé.

III -2.3. DETERMINATION DE LA VITESSE DE CHAUFFE CRITIQUE V_c

Dans les chapitres précédents , nous avons étudié la réponse d'un revêtement à un choc thermique , mais en cherchant à mettre en évidence les contributions respectives de chacune des deux fonctions de transfert optique et thermique à la réponse globale du revêtement.

Les résultats obtenus montrent que :

-pour des revêtements d'épaisseur inférieure à 60 microns , la vitesse de chauffe critique V_c sera imposée par la fonction de transfert optique.

-on obtiendra la valeur minimale de V_c dans des domaines de température centrés à la température ambiante. C'est en effet au voisinage de cette température que les temps de relaxation des produits étudiés sont les plus élevés.

Examinons alors la courbe d'émission lumineuse d'un revêtement consécutive à un choc thermique d'amplitude unité : (courbe 1 figure a)

Cette courbe se caractérise par la présence de la stimulation c'est à dire par une surintensité lumineuse due au vidage des pièges avec la température.

Le niveau d'émission lumineuse, initialement égal à L_o , se stabilise au bout d'un temps τ_R, que l'on a appelé temps de relaxation du revêtement à un régime stable d'émission lumineuse : L_∞ (dans la plupart des cas étudiés $L_\infty \leq L_o$ car nous nous trouvons dans le domaine d'extinction de la luminescence).

La courbe 2 , en forme d'échelon représente la réponse qu'aurait le revêtement consécutivement au même choc thermique , si son temps de relaxation était nul (capteur "idéal").

Considérons maintenant les réponses du capteur réel (courbe 3) et du capteur idéal (courbe 4) à une rampe de pente V°C/s.

Ces courbes réponses seront telles que les ordonnées respectives $\overline{AB'}$ et $\overline{AC'}$ de leurs points B' et C' d'abscisse $\overline{OA}$ soient égales au produit de la pente V de la rampe par l'aire comprise d'une part entre l'axe des luminances, les segments AB' et AC' parallèles à cet axe et d'autre part entre l'axe des temps et les courbes réponses à un choc thermique unité relatives à chacun des capteurs idéal et réel.

Ainsi, si $\overline{AB} = L_\infty - L_o$ alors $\overline{AB'} = V \int_o^t \overline{AB}\, dt = V \times t\, (L_\infty - L_o)$

$\overline{AC} = L_t - L_o$ $\qquad$ $\overline{AC'} = V \int_o^t (L_\infty - L_o)\, dt$

A partir du point D d'abscisse τ_R les courbes 1 et 2 réponses à un choc thermique unité du capteur réel et du capteur idéal sont confondues . Leurs courbes intégrales (3 et 4, figure a) sont alors parallèles et la distance B' C' entre ces deux courbes représente l'écart de trainage.

On obtient donc pour $t > \tau_R$

$$\overline{A'\ C'_t}_{>\tau_R} = V \times \left[\int_o^{\tau_R} (L_t - L_o)\, dt + (t - \tau_R)\, (L_\infty - L_o) \right]$$

L'écart de trainage ΔL est égal à $\overline{B'\ C'} = \overline{AC'} - \overline{AB'} = V \times \int_o^{\tau_R} (L_t - L_\infty) dt$

La quantité $q_L = \int_o^{\tau_R} (L_t - L_\infty) dt$ est représentée sur la figure a par la surface de l'aire hachurée. Nous l'appellerons quantité de lumière libérée pendant un choc thermique d'amplitude unité

L'écart de trainage s'écrit alors $\Delta L = q_L \times V$ $\qquad$ (5)

Supposons maintenant que nous voulions déterminer l'évolution T(t) de la température d'une surface à partir d'une part de l'enregistrement de la luminance L(t) du revêtement déposé sur cette surface et d'autre part de la courbe d'étalonnage du régime permanent qui est une droite dans le domaine de linéarité considéré . La figure b représente le mode de construction de cette évolution.

La courbe obtenue T'(t) n'est pas identique à T(t) . En effet la luminance L_t enregistrée à l'instant t est supérieure d'une quantité ΔL égale à l'écart de trainage, à la luminance que l'on enregistrerait si le

récepteur était "idéal" . On commet donc une erreur ΔT par défaut sur la température réelle $T(t)$. Ainsi $T(t) = \Delta T + T'(t)$ où $T'(t)$ est la température mesurée .

Si $\alpha = \frac{dL_E}{dT}$ est la pente de la courbe d'étalonnage dans le domaine de linéarité considéré ,

On obtient immédiatement la relation suivante $L = \alpha \times \Delta T$

Or $\Delta L = V \times q_L$ et donc $V = \alpha \times \frac{\Delta T}{q_L}$ (6)

La relation (6) montre que dans un domaine de linéarité la vitesse de chauffe limite V_{c_i} est :

-proportionnelle à l'incertitude ΔT admise

-proportionnelle à la pente α de la courbe d'étalonnage

-inversement proportionnelle à la quantité de lumière libérée pendant un choc thermique d'amplitude unité .

La détermination de V_{c_i} se ramène donc à celle de q_L . Etant donné la linéarité du système il suffit de connaître la quantité de lumière Q_L libérée dans un choc thermique d'amplitude quelconque : A pour obtenir la valeur de $q_L = Q_L / A$

Si le domaine de température parcouru recouvre plusieurs domaines de linéarité , la vitesse de chauffe limite sera la borne inférieure de l'ensemble des vitesses de chauffe limite de chacun de ces domaines .

III - 2.4. ETUDE DE LA QUANTITE DE LUMIERE LIBEREE PENDANT UN CHOC THERMIQUE

III - 2.4.1. Définition et paramètres actifs

On appelera quantité de lumière libérée lors d'un choc thermique la quantité $Q_L = \int_0^{\tau_R} (L_t - L_\infty)\, dt$ où L_t est la luminance du revêtement à l'instant t et L_∞ sa luminance pour $t \gg \tau_R$.

Nous considérerons donc successivement les trois cas suivants (figure a)

- la luminance est indépendante de la température (courbe 1)
- " " augmente avec la température (courbe 2)
- " " décroit " " " (courbe 3)

La quantité Q_L dépend comme le temps de réponse τ_R des paramètres suivants :

-amplitude ΔT du choc thermique
-nature du produit luminescent
-intensité d'excitation
-épaisseur du revêtement (revêtement multicouches) ou dimension moyenne des cristaux luminescents (revêtement monogranulaire)
-température finale du choc thermique
-longueur d'onde examinée.

On constate expérimentalement que Q_L peut se mettre sous la forme

$$Q_L = \int_0^{\tau_R} (L_t - L_\infty)dt = \int_0^{t_1} (L_t - L_\infty)\,dt + \int_{t_1}^{\tau_R} (L_t - L_\infty)dt \qquad (7)$$

-t_1 est petit devant τ_R : $t_1 \simeq 0{,}2$ ms et il est de l'ordre de grandeur de la durée du choc thermique
-L(t) est croissant dans la première intégrale de la relation (7) et décroissant dans la deuxième . La courbe obtenue est appelée "pic de stimulation"

Une variation de la durée du choc thermique peut donc entrainer une modification de l'amplitude du pic de stimulation . Cette modification n'est pas décelable sur nos enregistrements pour des durées de choc thermique inférieures à 1 ms et pour des produits à tempsde relaxation supérieur à 5 ms.

Par contre lorsque la durée du choc thermique est comparable au temps de relaxation du produit, on ne peut plus assimiler le choc thermique à un échelon de température et il faut tenir compte du taux d'évolution de la température lors de ce choc (20000°/s pour un choc de 20° en 10^{-3}s)

La photo b, représente deux enregistrements obtenus sur un même revêtement monogranulaire de cristaux de ZnS(Ag) de 25 microns de dimension moyenne au cours de deux chocs thermiques effectués à température ambiante (23°) et de mêmes amplitudes.

Le premier est effectué avec un condensateur ($t_c < 0{,}5$ ms) et le deuxième avec un fusible de longueur telle que $t_c = 8$ ms. On constate que le pic de stimulation est beaucoup plus accentué dans le cas d'utilisation

du condensateur. Par contre les temps de relaxation (16ms) et la quantité de lumière libérée pendant les chocs thermiques sont égaux à la précision des mesures prés (10%)

On explique la stimulation par la libération d'une partie des électrons remplissant des pièges de profondeurs croissantes car l'élévation de température entraine une augmentation des probabilités de sortie $p_j = s_j \exp.(-E_j/K\,T)$ des divers pièges de profondeur E_j

Le processus mis en oeuvre semble plus complexe que celui de l'émission lumineuse sous excitation. En effet une expérience effectuée sur un revêtement de ZnS CdS(Mn Au) composé de cristaux de 25 microns de dimension moyenne a montré que , à température ambiante, le temps de réponse à 99 % consécutif à un échelon de faible amplitude de l'éclairement excitateur était trés nettement inférieur (plus de 10 fois) à celui consécutif à un choc thermique de faible amplitude . Dans les deux expériences le revêtement, l'éclairement et la température moyens sont les mêmes.

III- 2.4.2. Résultats relatifs aux revêtements monocouches

Deux produits seulement ont été étudiés le ZnS CdS (Mn Au) qui est le seul produit utilisé dans la métnode de couleur et le ZnS(Cu) dont les caractéristiques sont semblables à celles des autres sulfures dopés au cuivre utilisés dans la méthode de phosphorescence .

A) Résultats relatifs à un revêtement monogranulaire de cristaux de ZnS (Cu) de 25 microns de dimension moyenne

La luminance du ZnS (Cu) augmente légèrement dans le domaine 20° -150° puis elle décroit ensuite lentement jusqu'à zéro dans le domaine 150° - 400° (ou 500° selon l'excitation).

Des expériences de chocs thermiques d'amplitudes différentes ont montré que, à température ambiante :

-la quantité de lumière Q_L libérée lors du choc thermique était proportionnelle à l'amplitude du choc thermique dans un domaine de linéarité supérieur à 20°

-cette quantité de lumière émise était pratiquement indépendante de l'excitation les éclairements UV réalisés variant de u = 0,4 à u =6,5 U A

A des températures supérieures à 150 °, Q_L est à intensité

d'excitation égale inférieure à celle émise à température ambiante et elle n'est plus indépendante de l'intensité d'excitation : elle décroit en effet avec celle-ci .

Nous avons alors introduit le paramètre :

$$K(\lambda, T, u) = \frac{\int_0^{\tau_R} (L_t - L_\infty)\,dt}{L(\lambda, T, u) \cdot (T_\infty - T_0)} = \frac{Q_L}{L(\lambda, T, u) \times (T_\infty - T_0)} = \frac{q_L}{L(\lambda, T, u)}$$

- $T_\infty - T_0$ est l'amplitude du choc thermique

- $Q_L = \int_0^{\tau_R} (L_t - L_\infty)\,dt$ est la quantité de lumière libérée pendant le choc thermique.

- $q_L = \frac{Q_L(\lambda, T, u)}{T - T_0}$ est la quantité de lumière libérée pendant le choc thermique unité

- $L(\lambda, T, u)$ est la luminance monochromatique du produit soumis à un éclairement d'intensité u (Watt/m^2 ou photons/s . m^2)

La quantité $K(\lambda, T, u)$ caractérise la phosphorescence du produit étudié pour une température et une intensité d'excitation données.

Pour le ZnS (Cu) au voisinage de la température ambiante la phosphorescence n'est fonction que du seul paramètre température. Dans ce cas les mesures conduisent aux valeurs :

$K(525, 25°C, u = 6,5 UA) = 10 \times 10^{-5}$ s /°C

$K(525, 25°C, u = 1 UA) = 65 \times 10^{-5}$ s /°C

On rappelle que $u = 6,5$ est l'éclairement maximum fourni par la lampe à rayonnement continu. Il correspond à un flux énergétique de 2,4 mW/cm^2 émis dans deux bandes centrées à 365 et 366 millimicrons.

$u = 1 UA$ est l'éclairement moyen assuré par la lampe à rayonnement modulé sur une surface située à 30 cm. de la face avant de sa lentille convergente (cf. chap. II-2.)

B) Résultats relatifs aux revêtements monogranulaires de cristaux de ZnS CdS (Mn Au)

On constate que pour ce produit, à cause de l'extinction thermique, l'amplitude des domaines de linéarité est plus restreinte que dans le cas du ZnS (Cu) .

D'autre part , comme on est déjà à température ambiante , au dessus de la température de décroissance , on vérifie que la quantité de lumière libérée lors d'un mêmechoc thermique décroit avec l'intensité d'excitation et qu'elle est d'autant plus faible que la température est élevée.

Les expériences effectuées sur ce produit, peu phosphorescent à température ambiante ont fourni les valeurs suivantes avec une précision d'environ 30 %

A) Revêtement composé de cristaux de dimension moyenne $d \leqslant 6$ microns

$K(525m\mu, 25°C, U= 6,5UA) \simeq 1,4.10^{-5} s/°C$ | $K(525, 25°C, U= 1UA) \simeq 5,5 . 10^{-5} s/°C$

$K(585m\mu, 25°C, U= 6,5UA) \simeq 1. \ 10^{-5} s/°C$ | $K(585, 25°C, U= 1UA) \simeq 3,5 . 10^{-5} s/°C$

B) Revêtement composé de cristaux de dimension moyenne comprise entre 25 et 40 microns

$K(525\ m\mu, 25°C, U = 1UA) \simeq 20 . \ 10^{-5} s/°C$

$K(585\ m\mu, 25°C, U= 1UA) \simeq 23 . \ 10^{-5} s/°C$

III- 2.4.3. Résultats relatifs aux revêtements multicouches

Des chocs thermiques de faible amplitude ont été effectués à température ambiante sur des revêtements d'épaisseur moyenne comprise entre 60 et 80 microns, ce qui correspond aux revêtements couramment réalisés par dépôt au pinceau sans précaution particulière .

Nous avons obtenu dans ces conditions :

A) Revêtement de ZnS (Cu)

$K(525m\mu, 25°C, U = 1\ UA) = 230 \cdot 10^{-5} s/°C$

$K(470m\mu, 25°C, U = 1\ UA) = 150 \cdot 10^{-5} s/°C$

B) Revêtement de ZnS CdS (Mn Au)

$K(525m\mu, 25°C, U = 1UA) \simeq K(585m\mu, 25°C, U = 1UA) = 32 \times 10^{-5} s/°C$

Pour le ZnS CdS(MnAu) il n'est pas possible étant donnée la précision de nos mesures de mettre en évidence une différence entre les valeurs de K relatives aux filtres "vert" : $\lambda = 525m\mu$ et orange : $\lambda = 585m\mu$ dés que l'épaisseur du revêtement est supérieure à 20 microns.

III - 2.5. APPLICATION A LA METHODE DE COULEUR (§ II-0.2.1.)

On utilise comme paramètre thermosensible le rapport des luminances pour deux longueurs d'ondes $\lambda_1(525m\mu)$ et $\lambda_2(585m\mu)$: $C_{\lambda_1 \lambda_2}(T,U) = L_1/L_2$

En différenciant logarithmiquement la relation précédente on obtient :

$$\Delta C/C = \Delta L_1/L_1 - \Delta L_2/L_2 = V \cdot q_{L_1}/L_1 - V \cdot q_{L_2}/L_2$$

$$= V \cdot \left[K(\lambda_1, T, U) - K(\lambda_2, T, U) \right]$$

Si β_T est la pente de la courbe d'étalonnage $C_{\lambda_1 \ \lambda_2}(T,U)$ dans le domaine de linéarité de température moyenne T ,

on peut écrire : $\Delta C = \beta . \Delta T$

ΔT est l'erreur de trainage maximale tolérée sur la mesure et elle est choisie arbitrairement . La valeur du rapport $\Delta C/C = \beta . \Delta T/C$ est donc déterminée pour l'éclairement U et la température T . Il en est de même pour : $K(\lambda_1, T, U)$ et $K(\lambda_2, T, U)$

On peut alors calculer la valeur V_c de la vitesse critique

$$V_c = \beta . \Delta T / (K(\lambda_1, T, U) - K(\lambda_2, T, U)$$

Si l'on adopte pour erreur maximale due au trainage : $\Delta T = 1°C$ et pour un éclairement $U = 1UA$, on obtient comme valeur minimale pour V_c en utilisant les résultats précédents relatifs aux revêtements multicouches de ZnS CdS (Mn Au) et en tenant compte du fait que ces résultats sont connus avec une précision de 30 % :

V_c(ZnS CdS(Mn Au), $\lambda_1 = 525 m\mu$, $T \simeq 25°C$, $U = 1UA$) = 25°C
$\lambda_2 = 585 m\mu$

on peut si l'on désire être plus conservatif, adopter comme valeur minimale pour V_c une valeur telle que $V_{c_{min.}} = \dfrac{\beta . \Delta T}{\max. \left| K(\lambda_1, T, U), K(\lambda_2, T, U) \right|}$

ce qui conduit à :

$$\boxed{V_c \ (\text{ZnS CdS(Mn Au)}, \ \lambda = 525 m\mu , \ T \simeq 25°C, \ U = 1UA) \simeq 15°C/s}$$

C'est cette dernière valeur que nous adopterons comme limite supérieure des vitesse de chauffe pouvant être étudiées par la méthode de couleur avec l'appareillage actuel et avec un revêtement de ZnS CdS (Mn Au) d' épaisseur maximale comprise entre 60 et 80 microns.

III-2.6. APPLICATION A LA METHODE DE PHOSPHORESCENCE (capteur : ZnS(Cu)

On utilise comme paramètre thermosensible le taux de modulation, c'est à dire le rapport de la valeur efficace de la composante alternative et de la valeur moyenne de l'émission modulée d'un sulfure phosphorescent soumis à une excitation UV modulée à 100 Hertz.

Dans ce cas il est plus difficile d'évaluer l'influence de la stimulation en particulier sur le numérateur. Pour le dénominateur on peut admettre que le raisonnement précédent s'applique à la valeur moyenne . (cf.§II-3.4.2.2) En effectuant un calcul analogue à celui effectué pour la méthode de couleur , et en négligeant l'influence de la stimulation sur la valeur efficace de la composante alternative on aboutit à $\Delta p/p = -\Delta L$ moyen/Lmoyen = $= K(525,T,U) \times V$.

Si l'on utilise comme source d'excitation la lampe à rayonnement UV placée à une distance telle que U = 1 UA , et comme à température ambiante $\Delta p/\Delta T = \beta' = 5,2 \cdot 10^{-3}$ on peut calculer une valeur approchée de la vitesse de chauffe critique

$$V_c \text{ (ZnS(Cu) , } \lambda = 525 m\mu, \text{ T = 25°C, U = 1UA)} \simeq 2°C/s$$

On remarquera que la méthode de couleur est plus intéressante que la méthode de phosphorescence pour la mesure des températures non stationnaires. Car d'une part : le capteur utilisé : ZnS CdS(Mn Au) est beaucoup moins phosphorescent que les capteurs de la méthode de phosphorescence ZnS(Cu) ou ZnS CdS(Cu)

d'autre part : l'utilisation comme paramètre thermosensible d'un rapport des luminances pour deux longueurs d'onde d'émission voisines permet de s'affranchir en partie de la rémanence du produit et ceci d'autant mieux que les paramètres $K(\lambda)$ relatifs à chacune des deux longueurs d'onde considérées sont voisins.

III - 3. REALISATION D'UN MONTAGE PERMETTANT L'ENREGISTREMENT AUTOMATIQUE D'UNE EVOLUTION DE TEMPERATURE PAR LA METHODE DE COULEUR

III -3.1. CHOIX DE LA METHODE

Nous avons utilisé la méthode de couleur parce que le ZnS CdS(Mn Au) a des temps de réponse plus courts que ceux des produits utilisés pour la méthode de phosphorescence et parce qu'elle est plus facile à adapter à la mesure des températures rapidement variables que la méthode de phosphorescence.

Le ZnS CdS (Mn Au) présente par contre certains inconvénients :

-Il est sensible à l'humidité et sous excitation UV importante et en présence d'humidité il noircit rapidement . Son émission lumineuse baisse mais la valeur du paramètre de couleur n'est pas modifiée ; ce phénomène disparait lorsqu'on travaille en atmosphère séche.

-Son émission lumineuse décroit rapidement avec la température :

-Les mesures sont possibles jusqu'à 300° (excitation maximale u =6,5UA)
" 220° (" modulée u =1UA)

Le ZnS (Cu) permet d'atteindre respectivement des températures de :

550°C (u = 6,5)
420°C (u = 1)

On remarquera d'autre part que les possibilités de la méthode sont d'autant plus grandes que l'on travaille à intensité d'excitation élevée. En effet :

-le temps de réponse est plus court
-le paramètre $K(\lambda, T, u)$ est plus faible
-l'intensité lumineuse est plus forte car elle est sensiblement proportionnelle à l'excitation UV
-la température maximale que l'on peut déterminer est plus élevée.

Il se pose alors le problème de réaliser des sources fournissant de manière continue ou modulée une forte densité lumineuse répartie uniformément sur une surface de l'ordre du cm^2 et ceci dans une bande spectrale étroite (centrée sur 365 mμ)

III -3.2. DESCRIPTION DU MONTAGE

Il faut mesurer le rapport C_m = quotient de deux courants photoélectriques relatifs aux faisceaux lumineux issus de deux filtres. Si l'on a qu'un seul photomultiplicateur (P.M.) pour limiter les phénomènes de dérive du gain, il faut l'éclairer alternativement avec les faisceaux issus des 2 filtres. Dans ce but , on pouvait songer à faire tourner le porte filtres de l'appareil d'analyse , mais il n'était pas étudié pour supporter les vitesses de rotation nécessaires.

A titre expérimental nous avons donc réalisé un disque de plexiglass peint enmoir, percé de deux trous de 32 mm. de diamètre, symétriques par rapport au centre du disque, leurs axes étant distants de 64 mm. Dans ces trous nous avons placé respectivement deux couples de filtres :

λ_1 = 525 mμ (vert)

et

λ_2 = 585 mμ (orange)

et nous les avons collés avec de l'araldite sur tout leur périmètre pour répartir les contraintes , éviter les déformations .

Le disque, entrainé, par l'intermédiaire d'une poulie et d'une courroie, par un moteur série alimenté à tension variable peut tourner à des vitesses comprises entre 50 et 6000 t/mn. On dispose l'ensemble de manière à ce que les filtres défilent alternativement devant la lentille d' entrée de l'analyseur.

Si l'on veut enregistrer des vitesses de chauffe de 20°/s il faut, en se fixant une précision du degré, faire des relevés tous les 1/20s. ce qui implique une vitesse de rotation minimale de 1200t/mn. On obtient alors un signal constitué par une série de triangles , les uns représentant le signal "vert" et les autres le signal "orange" .

Un relais miniature bistable (TRANSCO Type SZC 7122 distribué par COPRIM) commandé par deux cellules photoresistantes par l'intermédiaire d'un transistor amplificateur permet de séparer ces deux signaux (fig. a) Deux orifices,de forme allongée pour assurer un éclairement suffisant, percés dans le disque, permettent une excitation lumineuse alternée des deux cellules ce qui fournit le courant de bascule du relais (fréquence maximale de commutation 200 Hz) (figures b et c)

Le signal de sortie sur chacun des canaux peut-être envoyé dans un filtre RC de fréquence de coupure 2 Hz. et visualisé sur l'écran d'un oscilloscope à 2 voies. On obtient la température en effectuant le rapport des sorties continues des 2 canaux. Mais cette methode manque de sensibilité .

En effet, la valeur moyenne du signal est égale dans le cas de signaux triangulaires de durée θ' et de période T produits par le défilement des filtres devant l'analyseur à : $\frac{\theta'}{m} \simeq \frac{32}{2\pi^2 32} = 0{,}159$ fois la valeur de crete .

Pour pouvoir avoir une précision convenable il faudrait utiliser deux amplificateurs associés à un quotient métre. Ce matériel n'étant pas disponible, on s'est contenté d'enregistrer le signal à la sortie de l'adaptation d'impédance (montage cathode Follower) (figure d) avant son dédoublement en signal "orange"et signal "vert", en utilisant un enregistreur photographique et des galvanomètres crayon (SMIP) de fréquence propre 300 Hz.

III -3.3. UTILISATION DU MONTAGE POUR LA REALISATION D'UN ETALONNAGE

Nous voulons seulement montrer que la méthode de couleur est susceptible d'une automatisation sans pour autant chercher à exploiter ses possibilités limites .

La vitesse de rotation du disque a été limitée à 50 tours/minute ce qui correspond à une fréquence de 16 Hz . En effet on considère que pour enregistrer sans déformations un signal triangulaire il faut disposer d'un enregistreur de bande passante égale à au moins 15 fois le fondamental , ce qui correspond ici à 240 Hz .

Nous avons d'ailleurs vérifié, en faisant varier légèrement la vitesse de rotation du moteur que la valeur de créte des signaux triangulaires issus des galvanomètres crayons restait constante.

L'étalonnage a consisté à enregistrer simultanément la température de la section terminale d'un cylindre d'aluminium (à l'aide d'un thermocouple) et la succession de signaux triangulaires fournis par l'appareil d'analyse observant un revêtement de ZnS CdS (Mn Au) déposé sur cette surface.

En agissant sur l'intensité du courant traversant la résistance chauffante enroulée sur le cylindre d'aluminium on limite la vitesse de chauffe à 2°/s. L'évolution, en fonction du temps, du rapport : $C_{\lambda_1 \lambda_2}(t, u)$

des amplitudes de crête des signaux triangulaires obtenus, associée à l'évolution de la température de la surface support T(t) permet de construire la courbe d'étalonnage $C_{\lambda_1 \lambda_2}(T, u)$ (à une précision qui est inversement proportionnelle à la vitesse de chauffe).

Par rapport à la méthode usuelle d'étalonnage on réalise un important gain de temps sur l'expérience elle-même compensé par un dépouillement plus long.

III -3.4. CONCLUSION

La méthode de couleur est susceptible d'étendre son domaine d'application à la mesure de températures rapidement variables (jusqu'à 15 °C/s) avec l'excitation usuelle $u = 1$. Des modifications relativement importantes devront cependant être apportées à l'appareil d'analyse pour rendre la méthode vraiment opérationnelle .

- -Adjonction d'un système de permutation rapide des filtres
- -Amélioration du rapport signal sur bruit (augmentation du diamètre de la lentille d'entrée, de la surface des filtres , éventuellement remplacement du photomultiplicateur par un P.M. plus sensible à cathode trialcaline.)
- -Miniaturisation de l'adaptation d'impédance (boitier de commande) et élargissement de sa bande passante.
- -mise au point d'un appareillage permettant l'affichage direct et l'enregistrement automatique du rapport de couleur.
- -Enfin, utilisation d'une source UV à rayonnement continu et de forte intensité dans le cas où la vitesse d'évolution de la température à mesurer est procne de la vitesse critique V_c.

La méthode de phosphorescence qui utilise des produits à temps de réponse plus long que le ZnS CdS (Mn Au) ne permettra pas de dépasser 2°C/s avec la lampe excitatrice actuellement utilisée. Dans ce cas l'appareillage existant permet de faire des enregistrements automatiques de l'évolution du paramètre de phosphorescence. Il faudra cependant améliorer le temps de réponse de la chaine de mesure de manière à ce qu'il soit inférieur à celui des capteurs phosphorescents.

CONCLUSION

La conclusion de ce travail est qu'il est possible de mesurer des températures de surface rapidement variables par l'intermédiaire des émissions lumineuses visibles sous excitation ultraviolette de microcristaux luminescents déposés sous forme de revêtements minces sur les surfaces observées.

Pour parvenir à ce résultat nous avons étudié, à l'aide des méthodes employées dans l'étude des systèmes linéaires , le revêtement en tant que système physique chargé de transformer le signal de température (température moyenne du revêtement) en signal lumineux (luminance du revêtement sous excitation UV continue ou périodique) .

Il s'agissait de montrer que la mesure des températures variables était possible avec une certaine précision par les méthodes de phosphorescence en utilisant les courbes d'étalonnage employées en régime permanent et aussi de définir la nature et l'influence des conditions expérimentales sur la mesure .

Le premier problème revenait donc à chercher à quelles conditions la relation fonctionnelle qui lie l'entrée du système (température moyenne) à la sortie (luminance) se ramène , à chaque instant à une simple relation de proportionalité .

Cette propriété n'appartenant qu'aux systèmes "linéaires" nous avons alors cherché à savoir s'il était possible de définir des domaines dans lesquels notre système était linéarisable, c'est à dire pouvait être assimilé à un système linéaire . Dans ces domaines définis dans le plan des températures et des vitesses de chauffe : $\frac{dT}{dt}$ les équations du modèle mathématique représentatif du système qui lient l'entrée à la sortie sont des équations aux dérivées partielles ou differentielles à coefficients constants .

Cette linéarisation se révélant possible , le problème posé se ramène à la définition du domaine d'utilisation pour la mesure c'est à dire à la délimitation de la partie du domaine de validité de la fonction de transfert où cette dernière se réduit à une constante . L'aire de ce domaine est alors évidemment d'autant plus réduite que la précision soubaitée est plus grande .

Le mode de raisonnement adopté supposait que le "système" n'apportait pas, par sa simple mise en oeuvre de perturbation sensible à la température .

qu'il était chargé de mesurer. Cette hypothèse implique que les mesures de température de surface en régime transitoire ne seront possibles que dans les cas ou non seulement la résistance thermique du revêtement mais aussi sa capacité calorifique sont trés faibles devant celles du support.

Nous avons alors décomposé l'étude du système physique constitué par le capteur déposé sur un support massif en celle de ses deux sous systèmes fonctionnels principaux :-le premier sous système ayant pour fonction de transformer la température de la surface du support en la température du revêtement

-le deuxième sous système ayant pour fonction de transformer la température moyenne du revêtement "sortie" du premier sous système en émission lumineuse .

L'étude du modèle mathématique représentatif du premier sous système a permis de montrer que c'était un système linéaire dans la gamme de température et dans les conditions expérimentales usuelles et que pour des revêtements d'épaisseur inférieure à 60 microns et des temps $t \geqslant 0{,}5$ ms. il était équivalent à un système linéaire généralisé du 1er ordre à retard de phase , et de constante de temps inférieure à 4.10^{-3}s .

Le deuxième sous système n'a pas pu être représenté par un modèle mathématique et il a été nécessaire de réaliser une étude expérimentale qui a constitué l'essentiel de notre travail.

Cette étude a eu pour objet de soumettre le système à une entrée canonique et d'étudier la réponse à cette entrée. Les considérations d'ordre expérimental ont conduit à choisir l'échelon de température comme entrée canonique et l'approximation réalisée à été appelée "choc thermique" .

Dans la première partie de ce travail, nous avons regroupé tous les calculs et expériences relatifs à la réalisation du choc thermique , c'est à dire à la procédure qui permet de faire subir à la température moyenne d'un revêtement une évolution se rapprochant le plus possible d'un échelon de température.

Nous avons ainsi dans cette première partie :

-mis au point un montage simple permettant de réaliser et d'enregistrer des chocs thermiques d'amplitudes variables $5° < \Delta T < 200°$, à partir de n'importe quelle température initiale dans le domaine 20° - 400° C

L'élément essentiel de ce montage était un pont de Wheastone dont l'une des branches comprenait un mince ruban d'aluminium recouvert entièrement sur une

de ses faces par le revêtement. La décharge d'un condensateur dans ce ruban permettait de réaliser le choc thermique et le déséquilibre du pont permettait de connaître la température atteinte.

-vérifié que, juste aprés la décharge du condensateur [illegible] inférieur à 10^{-3}s, il y avait uniformisation de la température du revêtement et que dans le modèle représentant le ruban métallique et le revêtement il n'y avait pas lieu de tenir compte d'une résistance thermique de contact.

-étudié tout particulièrement le comportement du ruban nu aprés un choc thermique ce qui a permis de définir une longueur critique au delà de laquelle la perte de chaleur par les bornes support est indépendante de la longueur et n'a aucune influence sur la température du milieu du ruban ou l'on effectue les mesures . On a aussi mis en évidence la déformation de la distribution des températures immédiatement consécutive à la décharge du condensateur et qui se traduit par une légère augmentation de la température du milieu du ruban au dessus de la température moyenne.

Nous avons ensuite étudié la réponse du système constitué par le revêtement à un choc thermique en analysant deux caractéristiques de cette réponse : le temps de relaxation τ_R qui représente la durée de la perturbation lumineuse consécutive à un échelon de température et la quantité $Q(\lambda, T, u)$ qui représente la quantité de lumière supplémentaire émise par le revêtement à la suite d'un choc thermique par rapport à un revêtement "idéal" à temps de relaxation nul.

Nous avons alors pu définir des domaines de linéarité d'amplitudes 10 à 20°C dans lesquels le revêtement se comportait comme un système linéaire c'est à dire que τ_R était indépendant de l'amplitude du choc thermique et $Q(\lambda, T, u)$ proportionnelle à cette même amplitude .

Par ailleurs nous avons mis en évidence l'influence des divers paramètres opérationnels :

- Eclairement ultraviolet excitateur
- Epaisseur des revêtements ou taille des cristaux pour les revêtements monogranulaires
- Température moyenne du domaine de linéarité étudié
- Longueur d'onde d'émission du rayonnement luminescent pour les divers types de sulfures utilisés dans les méthodes de couleur et de phosphorescence :

ZnS CdS (Mn Au) -méthode de couleur-

ZnS CdS (Cu)
ZnS (Cu)
ZnS (Ag)

-méthode de phosphorescence -

Nous avons ainsi constaté que le temps de relaxation τ_R :

- variait de manière sensible en sens inverse de l'éclairement UV : ω
- augmentait avec l'épaisseur du revêtement (ce qui est une conséquence du résultat précédent et du pouvoir absorbant du cristal vis à vis des rayonnements excitateurs ou réemis)
- dépendait de la température dans l'intervalle de [illegible] et qu'il décroissait pour tous les produits étudiés et atteignait une valeur inférieure à la milliseconde aux températures les plus élevées
- dépendait de la nature du produit luminescent et était en particulier 3 à 4 fois plus court pour le ZnS CdS (Mn Au) que pour le ZnS (Cu)
- dépendait de la longueur d'onde d'émission et était dans l'intervalle de température étudié plus court pour les longueurs d'onde les plus courtes
- était enfin indépendant de l'amplitude du choc thermique pourvu que celle-ci soit inférieure à 30° C.

De même, nous avons constaté que la quantité de lumière $Q(\lambda, \tau, \omega)$ libérée lors d'un choc thermique :

-variait de manière peu sensible dans le même sens que l'éclairement :($0{,}04 \leq \omega \leq 6{,}5$) (cette variation étant d'autant plus accentuée que la température était élevée)

-augmentait avec l'épaisseur du revêtement
-dépendait de la température et dans l'intervalle 100° - 400° elle décroissait pour tous les produits étudiés.
-dépendait de la nature des produits luminescents et était d'autant plus importante que les produits sont plus phosphorescents.

Nous avons aussi défini la grandeur $K(\lambda, \tau, \omega)$ comme le rapport de la quantité de lumière libérée lors d'un choc thermique d'amplitude unité et de la luminance du revêtement avant le choc .

Cette quantité permettra de définir la "phosphorescence" d'un produit pour une température et un éclairement superficiel UV donnés.

A partir de ces résultats nous avons alors pu donner l'expression d'une vitesse de "chauffe limite" fonction de la précision désirée et de la méthode de

mesure adoptée (couleur ou phosphorescence) . Cette vitesse de chauffe est par définition la pente de l'évolution linéaire de température d'un revêtement telle que l'erreur de trainage en régime établi commise lors du dépouillement , soit égale à l'erreur absolue tolérée.

Nous avons montré que cette erreur de trainage était proportionnelle à la quantité de lumière libérée pendant le choc thermique unité et à l'inverse : dT/dL de la sensibilité de la méthode .

Ainsi dans le cas où l'on se fixe une précision du degré et dans les conditions usuelles d'excitation on pourra théoriquement mesurer par la méthode de couleur des évolutions de température de pente inférieure ou égale à 15°C/s et de pente $\leq$ 2°C/s par la méthode de phosphorescence qui utilise des produits ZnS (Cu),ZnS CdS (Cu) beaucoup plus phosphorescents que le sulfure ZnS CdS (Mn, Au) utilisé dans la méthode de couleur. Ces résultats sont valables pour des revêtements d'épaisseur maximale : 60 microns.

Nous avons aussi au cours de ce travail cherché à définir de manière précise les paramètres opératoires .

Nous avons ainsi :

-Observé au microscope électronique à balayage les poudres de produits phosphorescents utilisés et constaté que leur granulométrie était assez irrégulière ce qui expliquait les résultats "anormaux" obtenus avec des revêtements trés minces composés de cristaux décantés.

-Déterminé sommairement les caractéristiques des sources d'excitation utilisées : répartition spectrale , spatiale , et intensité énergétique du rayonnement UV émis et montré en particulier que l'échauffement du revêtement provoqué par l'excitation était négligeable.

-Déterminé les caractéristiques thermiques des revêtements afin de pouvoir étudier théoriquement leur comportement thermique .

A cette occasion nous avons adopté différentes méthodes de régimes variables. La méthode du flux imposé de manière continue ou périodique (pour le matériau luminescent) et celle du fil chauffant (pour la résine agglomérant) ont permis une détermination de diffusivité avec une précision suffisante au moyen d'un appareillage de mise en oeuvre simple et rapide .

Enfin, nous avons réalisé un montage permettant l'enregistrement du signal de luminescence et par suite la détermination, grace à la méthode de couleur, d'une évolution rapide de température . La mise au point de ce montage trés

rustique a permis de mettre en évidence les modifications à apporter à l'appareillage existant pour pouvoir effectuer aisemment des mesures en régime variable.

En définitive , cette étude a prouvé que la méthode de couleur associée au ZnS CdS (Mn Au) offrait d'intéressantes possibilités pour la mesure des températures de surface rapidement variables .

L'utilisation de sources d'excitation UV plus intenses permettrait de reculer les limites définies précédemment.

L'emploi de revêtements monogranulaires de taille uniforme voisine de 20 microns (pour assurer un flux lumineux suffisant) éliminerait l'influence de l'épaisseur du revêtement, améliorerait ainsi la précision de la méthode et supprimerait dans certains cas la mesure préalable à température connue (mesure nécessaire à la détermination de la courbe convenable des réseaux d'étalonnage).

Cependant la réalisation de tels dépôts étant délicate "in situ" il reste à mettre au point une méthode permettant de déposer facilement par un procédé de transfert ou sous forme de timbres des revêtements monogranulaires préparés à l'avance , sur la surface dont on veut mesurer la température.

Au point de vue théorique, il reste à justifier les résultats obtenus concernant la réponse des produits phosphorescents à un choc thermique et en particulier les résultats relatifs à la quantité de lumière libérée pendant ce choc thermique.

Des expériences de choc thermique à basse température sur des revêtements monogranulaires , de granulométrie uniforme , ainsi que sous trés faible éclairement UV seront néanmoins nécessaires avant tout essai d'interprétation théorique.

En effet , le domaine de température que nous avons étudié était la zone supérieure du domaine d'existence de la phosphorescence et les mécanismes mis en jeu étaient compliqués par le phénomène d'extinction thermique.

- APPENDICE - I -

Résolution de l'équation $\frac{\partial^2 \theta_*}{\partial x_*^2} - \frac{\partial \theta}{\partial t_*} - m^2 \theta_* = 0$ (1) par la méthode de la transformée de Laplace.

En utilisant les notations du § 1.3.5. et en appelant $F_{x_*}(p)$ la transformée de Laplace de $(\theta_*)_{x_*}^{t_*}$ l'équation (1) devient aprés transformation

$$\frac{\partial^2 F_{x_*}(p)}{\partial x_*^2} - p\, F_{x_*}(p) - m^2 F_{x_*}(p) = -(\theta_*)_{x_*}^{t_*=0} \qquad (2)$$

On a vu au § I -3.1. que $(\theta_*)_{x_*}^{0} = T_{x_*}^{\infty} = \frac{A}{\xi m^2}\left(1 - \frac{ch\, m x_*}{ch\, m}\right)$ (3)

et que $(\theta_*)_1^{t_*} = (\theta_*)_{-1}^{t_*} = 0$

Si l'on pose $\begin{vmatrix} q_1^2 = p + m^2 \\ q^2 = p \end{vmatrix}$ la solution de l'équation (2) s'écrit alors

$$F_{x_*}(p) = \frac{A}{\xi m^2}\left[\frac{m^2}{p(p+m^2)}\, ch q_1 x_* + \frac{1}{p+m^2} - \frac{ch\, m x_*}{p\, ch\, m}\right] \qquad (4)$$

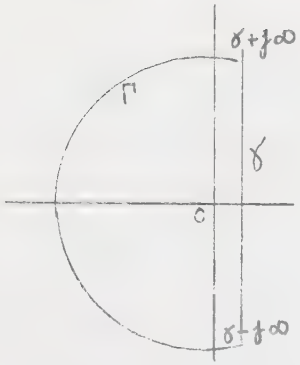
Cette solution pourrait être déduite directement de la formule générale I -3.5 (28) dans laquelle on poserait $\begin{vmatrix} A_1 = 0 \\ m_0 = m \\ \xi_0 = \xi \end{vmatrix}$

Pour calculer l'original θ_* de F_* on appliquera d'une part les formules connues : $\begin{vmatrix} \frac{1}{p+m^2} & [\ \exp(-m^2 t_*) \\ \frac{1}{p} & [\ 1 \end{vmatrix}$ et le théorème d'inversion pour la (5)

transformation de Laplace qui lie une fonction du temps $g(t)$ à sa transformée $G(p)$ par la relation $g(t) = \frac{1}{2\pi j}\int_{\gamma - j\infty}^{\gamma + j\infty} \exp(pt) \cdot G(p)\, dp$ (6)

ou p est une variable complexe et γ un contour suffisamment grand pour que toutes les singularités de $G(p)$ soient situés à gauche de la ligne $(\gamma - j\infty, \gamma + j\infty)$

Dans notre cas la fonction $G(p)$ considérée étant une fonction uniforme de p on complétera le contour par un cercle Γ de rayon R , ne passant par aucun des



poles ou des points singuliers essentiels de F(p) . On montre facilement [24,2] que l'intégrale le long du cercle Γ tend vers o quand R tend vers l'infini.

L'intégrale le long de la ligne $(\gamma - j\infty\ ,\ \gamma + j\infty\ )$ est alors égale d'aprés le théorème de Cauchy à $2\pi j$ fois la somme des résidus relatifs aux poles de G(p)

Ainsi l'application des formules 5 et 6 et de la formule 4 conduit à la relation

$$(\theta)^{t}_{x_*} = \frac{A}{\xi m^2}\left[\exp(-m^2 t_*) - \frac{ch\, m x_*}{ch\, m} + \frac{m^2}{2\pi j}\int_{\gamma-j\omega}^{\gamma+j\omega} \exp\left(\frac{p t_* ch\, q_1 x_*}{p(p+m^2) ch\, q_1}\right) dp\right] \quad (7)$$

où
$$\left|\begin{array}{l} q_1^2 = p + m^2 \\ G(p) = \dfrac{ch\, q_1 x_*}{p(p+m^2)\, ch\, q_1} \end{array}\right.$$

Les poles de G(p) sont les racines de :

$$\left|\begin{array}{lll} p = 0 & \Longrightarrow & q_1^2 = m^2 \\ p + m^2 = 0 & \Longrightarrow & p = -m^2 \ , \ q_1 = 0 \\ ch\, q_1 = 0 & \Longrightarrow & p = -\left(m^2 + (2n+1)^2 \pi^2/4\right) = -\beta_n^2 \ , \ q_1 = (2n+1) j\pi/2 = j\alpha_n \end{array}\right.$$

Les résidus correspondant à ces poles "simples" ont alors pour expression

$$\left|\begin{array}{l} R(0) = \dfrac{ch\, m x_*}{m^2\, ch\, m} \\ R(-m^2) = -\dfrac{\exp(-m^2 t_*)}{m^2} \\ R\left(-m^2 + (2n+1)^2\pi^2/4\right) = R(-\beta_n^2) = \exp(-\beta_n^2 t_*)\dfrac{ch\, j\alpha_n x_*}{\beta_n^2 \alpha_n^2 \dfrac{d}{dp}(ch\, q_1)_{q_1 = j\alpha_n}} \end{array}\right. \quad (8)$$

en utilisant les relations $\dfrac{d}{dp} = \dfrac{d}{dq_1} \cdot \dfrac{dq_1}{dp} = \dfrac{1}{2q_1}\dfrac{d}{dq_1}$

$$\frac{1}{2j\alpha_n} sh(j\alpha_n) = (-1)^n / 2\alpha_n$$

on obtient
$$R(-\beta_n^2) = 2(-1)^n \frac{\exp(-\beta_n^2 t_*)\cos\alpha_n x_*}{\alpha_n \beta_n^2}$$

L'application du théorème de Cauchy conduit finalement à :

$$(\theta_*)^{t_*}_{x_*} = \frac{2A}{\xi}\sum_{n=0}^{\infty}(-1)^n \frac{\exp(-\beta_n^2 t_*)\cos\alpha_n x_*}{\alpha_n \beta_n^2} \quad (9)$$

ou
$$\left|\begin{array}{l} \alpha_n = (2n+1)\pi/2 \\ \beta_n^2 = -(\alpha_n^2 + m^2) \end{array}\right.$$

L'expression (9) est évidemment identique à l'expression I -3.1. (11) obtenue par la méthode de Fourier .

- APPENDICE - II -

Etablissement du courant dans un ruban d'aluminium refroidi par rayonnement et par convection naturelle dans de l'air calme

I : Expérience réalisée à P = 760 mm. Hg.

II: " " à P = 10^{-3} mm. Hg.

	I	II
Caractèristiques du ruban :		
- Longueur (mm) 2 L =	78,8	82,2
- Largeur (mm) l =	2,24	2,22
- Résistance à 0° (Ω) $= \frac{\rho_0 L}{e l} = \frac{L}{\sigma_0 e l}$	0.10 92	0,115
Valeurs des résistances de tête du pont $R_1 = R_4$ (Ω)	9,115	9,115
-Tension d'alimentation du pont E = 11,8 V		
Variation de température moyenne du ruban :		
$\Delta T(°C) = \frac{(R+2)^2 \Delta V}{\alpha R r_0 (E - \Delta V)} =$	22,80	42,5
Température initiale du ruban T_a(°C)	24,2	25
" finale " " T_f(°C)	47	67,5
$A = \frac{I^2 L^2}{K \sigma_0 e^2 l^2}(1 + \alpha T_a) = \frac{I^2 r_0^2 (1+\alpha T_a)\sigma_0}{4K}$	$0,965 \times 10^3$	$0,49 \times 10^3$
D'aprés I -3.1. (20) $(\bar{T}_R^{\infty} - T_a)/A = (1 - 1/m)/m^2$	0,0236	0,0867
On lit sur la courbe I -3.2.a la valeur correspondante de m :	5,935	2,7
L'application des formules I -3.1.(6) et I -3.2.(2) permet de calculer le nombre de Nusselt $N = \frac{2 h L}{K}$	$4,17 \times 10^{-3}$	$1,87 \times 10^{-3}$
et le coefficient d'échange local : $h(W/m^2) = \frac{2Ke}{(2L)^2}\left[m^2 + \frac{\alpha A}{1+\alpha T_a}\right] =$	21,4	4,71
Des équations I -3.4 (26) et I -3.1.(6) on déduit $\bar{m}^2 = m^2/(1 - 1/m)$	41,4	11,5
et le coefficient d'échange global $\bar{h}$ (W/m^2)	24,9	6,86

CONSTRUCTION DU DIAGRAMME DE REFERENCE CORRESPONDANT AU MODELE AVEC RESISTANCE THERMIQUE INTERNE :

La formule I -3.1. (18) peut s'écrire :

$$\frac{T_R^t - T_a}{A} = \frac{1}{m^2}\left(1 - \frac{1}{m}\right) - \frac{32}{\pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\left(-[(2n+1)^2 + 4n^2]\,at/4L^2\right)}{(2n+1)^2\left[4n^2/\pi^2 + (2n+1)^2\right]}$$

Dans le cas I on obtient :

$$\frac{\bar{T}_R^t - T_a}{A} = -0{,}32851 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\left(-0{,}01317\, t\,[14{,}275 + (2n+1)^2]\right)}{(2n+1)^2\,[14{,}275 + (2n+1)^2]} + 0{,}0236$$

Dans le cas II

$$\frac{\bar{T}_R^t - T_a}{A} = -0{,}32851 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\left(-0{,}01214\, t\,[2{,}955 + (2n+1)^2]\right)}{(2n+1)^2\,[2{,}955 + (2n+1)^2]} + 0{,}0867$$

Dans le calcul numérique de ces séries on constate qu'il suffit de se limiter aux 6 premiers termes pour obtenir une précision bien supérieure à celle relative aux coefficients numériques expérimentaux des termes de la série.

CONSTRUCTION DU DIAGRAMME DE REFERENCE CORRESPONDANT AU MODELE SIMPLIFIE :

Si l'on adopte le modèle simplifié la relation précédente devient :

formule I -3.4. (26)

$$\frac{\bar{T}_R^t - T_a}{A} = \left[1 - \exp(-t/\bar{\tau})\right] / \bar{m}^2 \qquad \text{avec} \quad \begin{cases} 1/\tau = a\, m^2/L^2 \\ 1/\bar{m}^2 = (1 - 1/m)/m^2 \end{cases}$$

Dans le cas I on obtient ainsi

$$\frac{\bar{T}_R^t - T_a}{A} = 0{,}0236\left[1 - \exp(-2{,}26\, t)\right]$$

et dans le cas II

$$\frac{\bar{T}_R^t - T_a}{A} = 0{,}0867\left[1 - \exp(-0{,}5684\, t)\right]$$

Les diagrammes de référence correspondant aux formules précédentes relatives respectivement aux modèles avec et sans résistance thermique interne ont été représentés sur les figures I -3.6.2. d et I -3.6.2. f

---

- APPENDICE - III -

Etude de l'échauffement d'un revêtement consécutif à un dégagement impulsionnel d'énergie dans son ruban support .

Caractéristiques du ruban support en aluminium

Longueur 2L = 78,3 mm.
Largeur l = 1,98 mm.
Epaisseur e = $8,54 \times 10^{-3}$ mm.
Résistance à 0° r_o = 0,123
Capacité calorifique superficielle du ruban = $20,8 \times 10^{-6} J/m^2$

Masse volumique de l'aluminium $\rho = 2700 kg/m^3$
Capacité calorifique " $C_p = 903$ J/kg
Conductivité thermique " $K = 202$ W/m °C
Résistivité électrique " $1/\sigma = 2,6555 \times 10^{-8} \Omega.m$
Coefficient de température " $\alpha = 4,4 \times 10^{-3}$

Caractéristiques du montage

-Valeurs des résistances de tête du pont : $R_1 = R_u = 9,13\ \Omega$
-Tension d'alimentation : $E = 12$ V
-Température de l'enceinte : $T_a = 25,4$ °C
-Température d'équilibrage du pont : $T_e = 25,2$ °C
-Intensité parcourant le circuit en régime établi : $\mathring{I}^{\infty} = 1,258$ A

Détermination de la capacité calorifique du revêtement

On mesure sur la photo I -4.4. a , la tension de déséquilibre du pont correspondant au régime asymptotique : ΔV = 3,25cm. x 5 mV/cm = 16,25 mV

d'où $$\Delta T \simeq \frac{(R+r)^2 \Delta V}{\alpha r_o R (E - \Delta V)} \simeq 23,6\ °C$$

La variation de température du ruban est donc (23,6 + 25,2)-25,4 = 23,4°C

On mesure ensuite sur la même photo le temps de réponse à 90° : $t_{0,9} = 2,5$s ce qui permet de calculer la constante de temps $\tau = t_{0,9}/2,3 = 1,08$ s

D'autre part $$A = \frac{I^2 L^2}{K \sigma_o e^2 \bar{l}^2}(1 + \alpha T_a) = 1,24 \times 10^3$$ et

$$\frac{\bar{T}_R^{\infty} - T_a}{A} = 23,4 / (1,24 \times 10^3) = 0,0189 = 1/\bar{m}^2$$

D'aprés la formule I - 4.3 2. (9 : $$a' = \frac{L^2}{\tau \bar{m}^2} = 2,68 \times 10^{-5}$$ et

$$\rho' c' e' = Ke/a' - \rho c e = 64,5 - 20,8 = 39,7\ J/m^2$$

Essai de détermination de la résistance thermique de contact

Les deux courbes les plus à gauche de la photo I -4.4. b , permettent de déterminer à chaque instant la puissance calorifique libérée dans le ruban :

$$P(t) = V_r I \qquad \text{(fig. I-4.4. e)}$$

Par intégration graphique , on calcule alors l'énergie libérée dans le ruban à la fin de l'impulsion. Ici $t_c = 1{,}02 \times 10^{-3}$ s et $Q_{t_c} = \int_0^{t_c} P(t)\,dt = 0{,}122$ Joules. La courbe de droite de la photo I -4.4.6 représente le déséquilibre du pont et elle permet de déterminer la température moyenne du ruban à la fin de l'impulsion.

Comme $\Delta V = 9{,}3$ mV et $\Delta T = 17{,}5 \times \frac{9{,}3}{12.03} = 13{,}5$ °C la variation de température du ruban est de :

$$\Delta T = T_f - T_a = 13{,}5 + 25{,}2 - 26{,}4 = 12{,}3 \text{ °C}$$

On vérifie alors que :

$(\rho c e + \rho' c' e') \times 2L.l\ \Delta T = 64{,}5 \times 1{,}98 \times 78{,}5 \times 10^{-6} \times 12{,}3 = 0{,}123$ Joules.

A la fin de l'impulsion la température du revêtement est donc pratiquement égale à celle du ruban et il n'est pas possible étant donné sa faible valeur et la sensibilité du montage utilisé de déterminer la résistance thermique de contact entre le revêtement et son support.

- APPENDICE - IV -

A) Détermination des coefficients d'absorption A, de réflexion R et de transmission T d'une lame à faces parallèles :

soient : r le facteur de réflexion du corps constitutif de la lame
a le facteur d'absorption du corps constitutif de la lame
t le facteur de transmission du corps constitutif de la lame
Φ le flux incident

$$(r + a + t) = 1$$

La fraction

- r	de ce	flux	est	réfléchie sur la 1ère face de la lame
$-(1-r)t$	"	"	"	pénétre dans la lame
$-(1-r)t$	"	"	"	parvient à la 2ième face
$-(1-r)(1-t)$	"	"	"	a donc été absorbée pendant la traversée aller
$-(1-r)^2 rt$	"	"	"	sort de la lame par la 2ième face = est donc transmise
$-(1-r)rt$	"	"	"	est réfléchie sur la 2ième face
$-(1-r)r^2 t$	"	"	"	revient sur la 1ère face
$-(1-r)(1-t)rt$	"	"	"	a été absorbée pendant la traversée retour
$-(1-r)^2 rt^2$	"	"	"	sort par la 1ère face = elle est donc réfléchie
$-(1-r)r^2 t^2$	"	"	"	est réfléchie sur la 1ère face et elle joue le rôle de la fraction (1-r) initiale

On a donc $T = t(1-r)^2 \left(1 + r^2 t^2 + \ldots\right) = t(1-r)^2 \sum_{n=0}^{\infty} (rt)^{2n} = \frac{t(1-r)^2}{1-r^2 t^2}$

de même $A = \frac{(1-t)(1-r)(1+rt)}{1-r^2 t^2}$

$$R = r\left(1 + \frac{(1-r)^2 t^2}{1-r^2 t^2}\right) = r(1 + tT) \qquad (1)$$

on vérifie que $R + T + A = 1$

Si l'on considère maintenant deux lames à faces parallèles séparées par du vide, parallèles entre elles et de coefficients de transmission et de réflexion respectifs : T_1 , T_2 et R_1 , R_2 on obtient , par un raisonnement analogue au précédent la valeur des coefficients de transmission global $T_T = \frac{T_1 T_2}{1-R_1 R_2}$

et de réflexion global $R_T = R_1 + \frac{R_2 T_1^2}{1-R_1 R_2}$ (2)

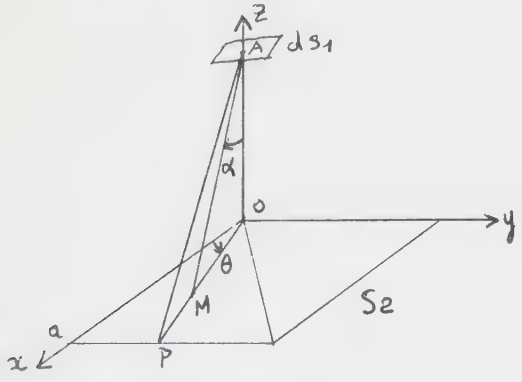
Si les deux lames sont identiques :

$$\left| \begin{array}{l} T_T = \dfrac{T^2}{1-R^2} \\ \\ R_T = R\left(1 + \dfrac{T^2}{1-R^2}\right) \end{array} \right. \qquad (3)$$

$$\left| \begin{array}{l} T^2 = T_T \times \left(1 - \left[\dfrac{R_T}{1+T_T}\right]^2\right) \\ \\ R = \dfrac{R_T}{1+T_T} \end{array} \right. \qquad (4)$$

La formule $T_T = \frac{T^2}{1-R^2}$ permet en particulier de déterminer le coefficient de réflexion à partir de mesures de coefficient de transmission. Il suffit en effet de faire deux mesures de coefficient de transmission l'une sur une lame à face parallèle isolée , l'autre sur deux lames identiques accolées : T_T et T sont alors connus et R s'obtient par la formule $R = \sqrt{1 - \frac{T^2}{T_T}}$

B) Calcul du facteur de forme entre une surface élementaire dS et une plaque carrée de côté 2a



On posera : $AM = r$
$OM = \rho$
$\widehat{\vec{Ox}, \vec{OM}} = \theta$
$OA = d$

$dS_2 = \rho \, d\rho \, d\theta$
$OM^2 = r^2 = OM^2 + OA^2 = \rho^2 + d^2$
$\cos\alpha = d/r = d/\sqrt{\rho^2 + d^2}$

Donc

$$F_1^2 = \iint_{S_2} \frac{\cos^2\alpha \, dS_2}{AM^2} = 8d^2 \int_0^{\pi/4} d\theta \int_0^{a/\cos\theta} \frac{\rho \, d\rho}{(\rho^2 + d^2)^2}$$

$$F_1^2 = 4d^2 \int_0^{\pi/4} \left(\frac{1}{d^2} - \frac{1}{a^2/\cos^2\theta + d^2}\right) d\theta = \frac{4a^2}{d^2} \int_0^{\pi/4} \frac{d\theta}{a^2/d^2 + \cos^2\theta}$$

On effectue alors le changement de variable $u = \operatorname{tg}\theta$

$$du = (1+u^2)\,d\theta$$

$$f_1^2 = 4\int_0^1 \frac{du}{c^2+u^2} \qquad \text{où} \quad c^2 = 1 + d^2/a^2$$

En posant $v = u/c$

on obtient finalement :

$$\boxed{f_1^2 = 4/c \operatorname{Arctg} 1/c = \frac{4a}{\sqrt{a^2+d^2}} \operatorname{Arctg} \frac{a}{\sqrt{a^2+d^2}}}$$

- APPENDICE - I -

Distribution de températures dans un mur composite d'épaisseur L isolé thermiquement sur l'une de ses faces, l'autre face étant en contact parfait avec une couche de conductivité infinie d'épaisseur L qui absorbe une densité de flux calorifique ϕ constante par unité de surface

Les grandeurs relatives à la couche de conductivité infinie seront affectées de l'indice " ' "

On appellera ainsi

ρ = masse volumique

c = capacité calorifique par unité de masse

K = conductivité thermique

$a = \frac{K}{\rho c}$ = diffusivité thermique

$T(x,t)$ = température au point P d'abscisse $0 \leqslant x \leqslant L$

$T'(t) = T(0,t)$ = " " " $L' \leqslant x \leqslant 0$

Les distributions des températures cherchées s'obtiendront en résolvant les équations

$$\begin{cases} \dfrac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \dfrac{1}{a}\dfrac{\partial T}{\partial t} = 0 & 0 < x < L \\ \dfrac{\partial T'}{\partial x} = 0 & -L' \leqslant x \leqslant 0 \end{cases} \qquad (1)$$

avec les conditions initiales $T(x, t) = T'(t)$ quand $t = 0$

et les conditions aux limites

$$\begin{cases} \dfrac{\partial T}{\partial x}(L, t) = 0 \\ \phi = \rho' c' L' \dfrac{dT'(t)}{dt} - K\left(\dfrac{dT(x,t)}{dx}\right)_{x=0} \\ T(0,t) \equiv T'(t) \end{cases} \qquad (2)$$

En appliquant la méthode de la transformée de Laplace (cf. Appendice I) et en appelant $F_x(p)$ et $F'_x(p)$ les transformées respectives de T et T' on obtient le système d'équations :

$$\left|\begin{array}{l} \dfrac{\partial^2 F}{\partial x^2} - \dfrac{p}{a} F = 0 \iff \dfrac{\partial^2 F}{\partial x^2} - q^2 F = 0 \\ \left(\dfrac{\partial F}{\partial x}\right)_{x=L} = 0 \\ (F)_{x=0} = F' \\ \dfrac{\Phi}{p} = \rho' c' L' p F' - K\left(\dfrac{dF}{dx}\right)_{x=0} \end{array}\right. \qquad (3)$$

en utilisant la notation classique $p = a\,q^2$

La résolution du système (3) conduit à la solution

$$\left|\begin{array}{l} F_x(p) = \dfrac{\Phi}{P} \dfrac{ch q(L-x)}{[\rho' c' L' p\, ch qL + Kq\, sh qL]} \\ F'(p) = F_0(p) \end{array}\right. \qquad (4)$$

comme $p = a\,q^2 = \dfrac{K}{\rho c} q^2$ et si l'on pose $D = \dfrac{\rho' c' L'}{\rho c}$ la solution (4) peut s'écrire :

$$\left|\begin{array}{l} F_x(p) = \dfrac{\Phi}{K p q} \dfrac{ch q(L-x)}{[Dq\, ch qL + sh qL]} \\ F'(p) = F_0(p) \end{array}\right. \qquad (5)$$

A) <u>Détermination d'une solution convergeant rapidement pour les grandes valeurs du temps</u> .

On utilise comme en appendice I, le théorème d'inversion de la transformation de Laplace en adoptant le même contour d'intégration. On obtient ainsi :

$$T_x^t = \frac{1}{2\pi j} \int_{\gamma-j\infty}^{\gamma+j\infty} \exp(pt) \frac{\Phi}{K p q} \frac{ch q(L-x)}{[Dq\, ch qL + sh qL]}\, dp$$

Cette intégrale est égale , d'aprés le théorème de Couchy à $2\pi j$ fois la somme des résidus de la fonction sous le signe intégrale.

Les poles de cette fonction sont les racines de l'équation :

$$pq\,[Dq\, ch qL + sh qL] = 0$$

C'est à dire $\left|\begin{array}{l} (p=o)^2 \quad \text{(racine double} \Longrightarrow \text{pole double)} \\ qD\, ch qL + sh qL = 0 \quad \text{(racines simples} \Longrightarrow \text{poles simples)} \end{array}\right.$

<u>Calcul du résidu relatif au pole double p = o</u>

On sait que si une fonction $y(p) = \dfrac{f(p)}{g(p)}$ a pour pole multiple d'ordre m : p = b le résidu correspondant a ce pole se calcule par la formule

$$\mathcal{R}^m(b) = \frac{1}{(m-1)!} \left[\frac{d^{m-1}}{dp^{m-1}} \left(\frac{(p-b)^m f(p)}{g(p)}\right)\right]_{p=b}$$

Si $f(p) = h(p) \exp(pt)$ en dérivant m fois on obtient l'expression suivante pour le résidu :

$$\mathcal{R}^m(b) = \sum_{r=0}^{m-1} \left[\frac{d^r}{dp^r} \left\{\frac{(p-b)^m h(p)}{g(p)}\right\}\right]_{p=b} \times \frac{t^{m-r-1}}{r!\,(m-r-1)!} \exp(bt) \qquad (6)$$

Dans notre cas $m = 2$ En tenant compte de la relation $\frac{d}{dp} = \frac{1}{2aq}\frac{d}{dq}$

on obtient :

$$R^1(0) = \frac{\Phi}{K}\left\{\left[\frac{aq\,chq(L-x)}{Dq\,chqL + shqL}\right]_{a=0}\right.$$

$$\left.\left[\frac{q\,hq(L-x)[(L-x)(Dq\,chqL + \ldots) + chq(L-x)(\ldots)]}{2q^3(D+L)^2}\right]_{q=0}\right\}$$

Cette expression dans laquelle on remplace $chqL$ et $shqL$ par leurs développement en série, se réduit finalement à :

$$R^2(0) = \frac{\Phi}{K}\left\{\frac{at}{L+D} + \frac{(L-x)^2}{2(D+L)} - \frac{L^2(3D+L)}{6(D+L)^2}\right\} \quad (7)$$

Calcul des résidus relatifs aux poles simples

Ces poles sont les racines de l'équation $shqL + chqL = 0$ (8)

Si l'on pose $q = j\,u_n \Longrightarrow p = -a\,u_n^2$ L'équation (8) devient :

$$\sin u_nL + u_nD\cos u_nL = 0 \Longrightarrow \boxed{u_nL\,\mathrm{cotg}\,u_nL + L/D = 0} \quad (9)$$

Cette équation a toutes ses racines réelles.

Le résidu correspondant à la racine u_n se calculera par la formule

$$R^1(u_n) = -\frac{2\Phi}{K}\left\{\frac{\exp(-au_n^2t)\cos u_n(L-x)}{u_n^2\frac{d}{dq}[Dq\,chqL + shqL]_{q=ju_n}}\right\}$$

qui devient en tenant compte de la relation (9)

$$R^1(u_n) = -\frac{2\Phi}{KL}\,\frac{\exp(-au_n^2t)\cos u_n(L-x)}{u_n^2\cos u_nL\,(L^2u_n^2 + L/D + 1)}$$

L'application du théorème de Couchy conduit finalement à

$$\boxed{T(x,t) = \frac{\Phi}{K}\left\{\frac{at}{L+D} + \frac{3(L-x)^2(D+L) - L^2(3D+L)}{6(D+L)^2} - \frac{2L}{D^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{\exp(-au_n^2t)\cos u_n(L-x)}{u_n^2\cos u_nL\left(\frac{L^2}{D^2} + \frac{L}{D} + L^2u_n^2\right)}\right\}} \quad (10)$$

Lorsque $D = o$ on obtient les formules mentionnées au § III -1.1.1. Dans ce cas en effet $tg\,u_nL = C$, $u_nL = n\pi$, $\cos u_nL = (-1)^n$ et (10) devient :

$$\boxed{T(x,t) = \frac{\Phi}{K}\left\{\frac{at}{L} + \frac{3(L-x)^2 - L^2}{6L} - \frac{2L}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{(-1)^n}{n^2}\exp(-an^2\pi^2t/L^2)\cos\frac{n\pi(L-x)}{L}\right\}} \quad (11)$$

B) Détermination d'une solution convergeant rapidement pour les petites valeurs du temps

$F_x(p) = \frac{\Phi}{Kpq} \frac{ch\,q(L-x)}{(Dq\,ch\,qL + sh\,qL)}$ peut s'écrire sous la forme d'une série entière

$$F_x(p) = \frac{\Phi}{Kpq} \frac{\exp(-qx) + \exp(-q(2L-x))}{(1+Dq)\left[1 - \frac{1-Dq}{1+Dq}\exp(-2qL)\right]}$$

$$= \frac{\Phi}{Kpq(1+Dq)}\left(\exp(-qx) + \exp(-q(2L-x))\sum_{n}^{\infty}\left(\frac{1-Dq}{1+Dq}\right)^n \exp(-2nqL)\right.$$

La solution s'obtiendra en prenant les originaux de chacun des termes de cette série

Dans le cas ou D = o l'expression précédente se réduit à :

$$F_x(p) = \frac{\Phi}{Kpq}\sum_{n=0}^{\infty}\left\{\exp\left[-q(2nL+x)\right] + \exp\left[-q(2(n+1)L-x)\right]\right\}$$

et $$T_x^t = \frac{2\Phi}{K}(at)^{1/2}\sum_{n=0}^{\infty}\left\{ I\,erfc\left(\frac{2nL+x}{2\sqrt{at}}\right) + I\,erfc\left(\frac{2(n+1)L-x}{2\sqrt{at}}\right)\right\} \quad [24.3]$$

on retrouve bien en changeant x en L-x , l'expression du § III-1.1.1.

C) Etude du modèle précédent dans lequel on ne considère plus la conductivité de la couche soumise au flux comme infinie

On trouvera en [24,4] et en [25] la solution de ce problème . La forme compliquée de l'expression analytique de la solution ne permet pas une application aisée aux calculs numériques.

D) Etude du mur composite semi infini soumis à flux calorifique Φ constant

1) Le mur composite est constitué d'un mur semi infini en contact parfait avec une couche de conductivité infinie d'épaisseur L' qui absorbe une densité de flux calorifique Φ constante par unité de surface [24.5]

En conservant les notations du paragraphe précédent on obtient

$$\frac{\partial^2 F_x(p)}{\partial x^2} - \frac{p}{a}F_x(p) = 0$$

$$F_\infty(p) = 0$$

$$F_o(p) = F'(p)$$

$$\frac{\Phi}{p} = \rho' c' L' p F'(p) - K\frac{dF_x(p)}{dx}$$

et

$$F_x(p) = \frac{\Phi \exp(-qx)}{\rho c K pq(1+Dq)} = \frac{\Phi \exp(-qx)}{\rho' c' L' K pq(q+E)}$$ avec

$$E = \frac{1}{D} = \frac{\rho c}{\rho' c' L'}$$

En utilisant une table de transformées de Laplace [par exemple 24.6] on aboutit à :

$$T_x(t) = \frac{\Phi}{K}\left[2\sqrt{\frac{at}{\pi}}\exp\left(-\frac{x^2}{4at}\right) - (1+Ex)\operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{at}}\right) + \frac{1}{E}\exp\left(Ex - E^2at\right)\operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{at}} + E\sqrt{at}\right)\right]$$

Lorsque $E = \infty$ $(D = 0)$ cette expression se réduit à :

$$\boxed{T_x(t) = \frac{\Phi}{K}\left[2\sqrt{\frac{at}{\pi}}\exp\left(-\frac{x^2}{4at}\right) - x\operatorname{erfc}\frac{x}{2\sqrt{at}}\right] = 2\sqrt{at}\ \operatorname{ierfc}\frac{x}{2\sqrt{at}}}$$

2) Le modèle est le même que dans le cas précédent mais la conductivité de la couche absorbant le flux est finie [26]

La solution s'obtiendra en résolvant le système

$$\begin{cases} \dfrac{\partial^2 T'}{\partial x^2} = \dfrac{1}{a}\dfrac{\partial T'}{\partial t} \\ \dfrac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \dfrac{1}{a}\dfrac{\partial T}{\partial t} \end{cases}$$

avec les conditions aux limites suivantes

$$\begin{cases} T(x, t=0) = T'(x, t=0) = 0 \\ T(\infty, t) = 0 \\ T'(0, t) = T(0, t) \\ K'\left(\dfrac{\partial T'}{\partial x}\right)_{x=0} = K\left(\dfrac{\partial T}{\partial x}\right)_{x=0} \\ \left(\dfrac{\partial T'}{\partial x}\right)_{x=-L'} = -\dfrac{\Phi}{K'} \end{cases}$$

Si l'on appelle comme précédemment $F'_x(p)$ et $F_x(p)$ les transformées de Laplace de $T'(x,t)$ et de $T(x,t)$ et si l'on pose

$$m = \frac{Kq - K'q'}{Kq + K'q'} = \frac{\sqrt{K\rho c} - \sqrt{K'\rho'c'}}{\sqrt{K\rho c} - \sqrt{K'\rho'c'}} \quad , \quad p = aq^2 = a'q'^2 \quad , \quad r = q/q' = \sqrt{a'/a} = \sqrt{\frac{K'\rho c}{K\rho'c'}}$$

on obtient

$$F'_x(p) = \frac{\Phi}{K'}\left[\frac{\exp\left[-q'(L'+x)\right] - m\exp\left[-q'(L'-x)\right]}{q'p\left(1 + m\exp\left(-2q'L'\right)\right)}\right]$$

$$F_x(p) = \frac{\Phi}{K'}\left[\frac{(1-m)\exp\left[-q'(L'+rx)\right]}{q'p\left(1 + m\exp\left(-2q'L'\right)\right)}\right]$$

On peut alors , en utilisant l'identité

$$\frac{1}{1 + m\exp\left(-2q'L'\right)} = \sum_{n=0}^{\infty}(-m)^n\exp\left(-2nq'L'\right)$$

écrire les relations précédentes sous forme de séries entières et l'utilisation

d'une table de transformées de Laplace permet de déterminer les originaux correspondant à chacun des termes des deux séries.

On obtient ainsi

$$T'(x,t) = \frac{2\Phi}{K'}\sqrt{a't}\left\{\operatorname{Ierfc}\frac{L'+x}{2\sqrt{a't}} + \sum_{n=1}^{\infty}(-m)^n\left(\operatorname{Ierfc}\frac{(2n+1)L'+x}{2\sqrt{a't}} + \operatorname{Ierfc}\frac{(2n-1)L'-x}{2\sqrt{a't}}\right)\right\}$$

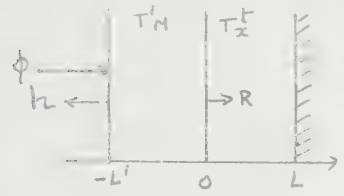
$$\boxed{T(x,t) = \frac{2\Phi}{K'}\sqrt{a't}\,(1-m)\sum_{n=0}^{\infty}(-m)^n \operatorname{Ierfc}\frac{(2n+1)L'+2x}{2\sqrt{a't}}}$$

- APPENDICE - VI -

Etude du mur composite en régime thermique sinuscidal

Le mur composite est isolé sur une de ses faces, l'autre face étant en contact imparfait avec une couche de conductivité infinie qui absorbe une densité de flux périodique. La résistance de contact entre les deux murs est R .

H est le coefficient d'échange avec le milieu extérieur dont la température T_a est prise comme référence :



T (xt) et T'(t) satisfont aux équations suivantes

$$\frac{d^2T}{dx^2} - \frac{1}{a}\frac{\partial T}{\partial t} = 0 \qquad (1)$$

$$\left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{x=L} = 0 \qquad (2)$$

$$T' - T = -kR\left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{x=0} \qquad (3)$$

$$\left\{\rho' c' L' \frac{dT'}{dt} + (T' - T)/R + hT'\right\}_{x=0} = \phi \exp(j\omega t) \quad (4)$$

On cherche des solutions de la forme :

$$\begin{aligned} T_x^t &= U(x)\exp(j\omega t) + V \\ T'^t &= \exp(j\omega t + \varepsilon) + V \\ &= U(0)\exp(j\omega t) + V \end{aligned} \qquad (5)$$

V est la température moyenne atteinte : $V = \phi / h$

$U(x)$ est de la forme

$$U(x) = A\exp\left(-x\sqrt{\frac{j\omega}{a}}\right) + B\exp\left(x\sqrt{\frac{j\omega}{a}}\right) = A\exp[-q(1+j)x] + B\exp[q(1+j)x]$$

en posant $q = \sqrt{\frac{\omega}{2a}}$

La relation (2) permet de calculer B = A exp. -2 q (1 + j) L

Finalement

$$T_x^t = \frac{\phi\, ch\,q(1+j)(L-x)}{ch\,qL(1+j)\left[h + \rho' c' L' j\omega\right] + kq(1+j)\left[1 + Rh + k\rho' c' L' j\omega\, sh\,qL(1+j)\right]} + \frac{\phi}{h}$$

si l'on pose $M = \rho' c' L' \omega$

$$T_0^t = \phi/h + \phi\left(ch^2 qL + \sin^2 qL\right)/D$$

$$D = \left(M^2 + h^2\right)\left(sh^2 qL + \sin^2 qL\right) + 2k^2q^2\left[sh^2 qL + \sin^2 qL\right]\left(1 + Rh + R^2M^2R^2\right) +$$
$$2kq\left[\left(ch\,qL\, sh\,qL - \sin qL\cos qL\right)\left(h + R\left(M^2 + h^2\right)\right) - M\left(sh\,qL\sin qL + \sin qL\cos qL\right)\right]$$

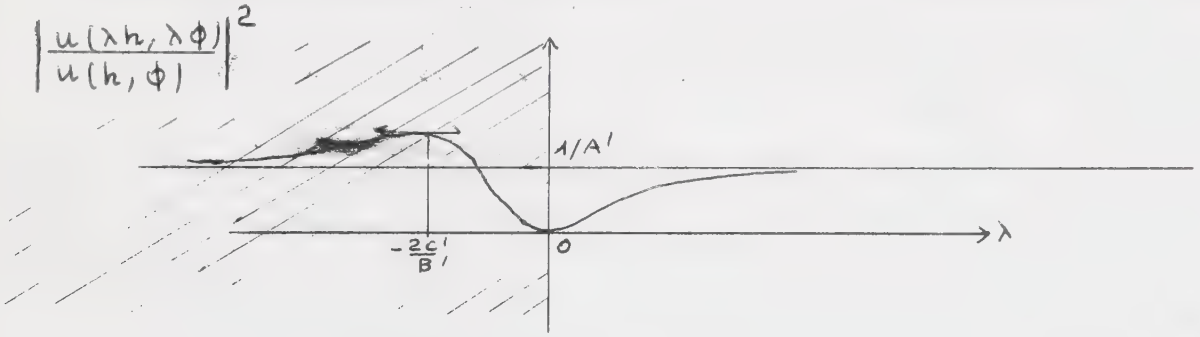
Supposons que l'on augmente ϕ et h de manière à ce que le rapport ϕ / h reste constant et comparons les amplitudes de la composante périodique du signal

$$\left|\frac{u(\lambda h, \lambda \phi)}{u(h, \phi)}\right|^2 = \frac{\lambda^2 [A h^2 + B h + c]}{A \lambda^2 h^2 + B \lambda h + c} = \frac{\lambda^2}{A' \lambda^2 + B' \lambda + c'}$$

A' , B' et C' sont positifs

$\Delta = B'^2 - 4 A' C'$ négatif

On a représenté ci-dessous le graphe de la fonction représentative du rapport $\left|\frac{u(\lambda h, \lambda \phi)}{u(h, \phi)}\right|^2$



On constate que l'on peut augmenter le rapport u_1/u_2 en augmentant h et ϕ de manière à conserver le rapport ϕ/h constant, mais on tend vers une limite finie.

- APPENDICE - VII -

Calcul rapide des coefficients de la série de Fourier [23]

Il s'agit de trouver une somme :

$$A_0 + A_1 \cos x + A_2 \cos 2x + \quad + A_r \cos rx$$
$$+ B_1 \sin x + B_2 \sin 2x + \quad + B_r \sin rx$$

qui fournisse la meilleure représentation possible d'une fonction $u(x)$ prenant les valeurs $u_0, u_1, \quad u_{n-1}$

pour $x = 0, 2\pi/n, \ldots 2(n-1)\pi/n$

Le problème est de déterminer $2r + 1$ constantes $A_0, A_1, B_1, \ldots A_r \quad B_r$ au moyen des équations

$$\left|\begin{array}{l} u_0 = A_0 + A_1 + \ldots A_r \\ u_1 = A_0 + A_1 \cos 2\pi/n + \ldots + A_r \cos 2\pi r/n \\ \qquad + B_1 \sin 2\pi/n + \ldots + B_r \sin (n-1)2\pi r/n \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ u_{n-1} = A_0 + A_1 \cos (n-1)2\pi/n + \ldots + A_r \cos (n-1)2r\pi/n \\ \qquad + B_1 \sin (n-1)2\pi/n + \ldots + B_r \sin (n-1)2r\pi/n \end{array}\right.$$

En utilisant les relations

$$\sum_{q=0}^{n-1} \cos 2kq\pi/n = 0 \quad \text{et} \quad \sum_{q=1}^{n-1} \sin 2kq\pi/n = 0$$

On montre que

$$\left|\begin{array}{l} A_0 = \dfrac{1}{n} \displaystyle\sum_{k=0}^{n-1} u_k \\ A_1 = \dfrac{2}{n} \displaystyle\sum_{k=0}^{n-1} u_k \cos 2k\pi/n \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ A_r = \dfrac{2}{n} \displaystyle\sum_{k=0}^{n-1} u_k \cos 2k\pi r/n \end{array}\right. \qquad \left|\begin{array}{l} B_1 = \dfrac{2}{n} \displaystyle\sum_{k=0}^{n-1} u_k \sin 2k\pi/n \\ \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \\ B_r = \dfrac{2}{n} \displaystyle\sum_{k=0}^{n-1} u_k \sin 2k\pi r/n \end{array}\right.$$

quand $r = \frac{1}{2}$ n il y a $\frac{1}{n}$ en facteur au lieu de $\frac{2}{n}$

Calcul rapide des 3 premiers termes dans le schéma à 12 valeurs

On connait les valeurs de $u(x)$ aux points

$$\left|\begin{array}{l} 0, \dfrac{\pi}{6}, \left(\dfrac{\pi}{4}\right), \dfrac{2\pi}{6}, \dfrac{\pi}{2}, \dfrac{4\pi}{6}, \left(\dfrac{3\pi}{4}\right), \dfrac{5\pi}{6}, \pi, \dfrac{7\pi}{6}, \left(\dfrac{5\pi}{4}\right), \dfrac{8\pi}{6}, \dfrac{3\pi}{2}, \dfrac{10\pi}{6}, \left(\dfrac{7\pi}{4}\right), \dfrac{11\pi}{6}, \\ 0, 30, (45), 60, 90, 120, (135), 150, 180, 210, (225), 240, 270, 300, (315), 330 \\ u_0, u_1, (\overline{u_1}), u_2, u_3, u_4, (\overline{u_3}), u_5, u_6, u_7, (\overline{u_5}), u_8, u_9, u_{10}, (\overline{u_7}), u_{11} \end{array}\right.$$

On cherche les coefficients A_o , ... A_3 de la somme

B_1 ,..... B_3

$$u(x) = A_o + A_1 \cos x + A_2 \cos 2x + A_3 \cos 3x + B_1 \sin x + B_2 \sin 2x + B_3 \sin 3x \qquad (3)$$

Les formules (2) conduisent à :

$$A_o = \frac{1}{12} (u_o + ... + u_{11})$$

$$A_3 = \frac{1}{6} (u_o - u_2 + u_4 - u_6 + u_8 - u_{10}) \qquad (4)$$

$$B_3 = \frac{1}{6} (u_1 - u_3 + u_5 - u_7 + u_9 - u_{11})$$

Donnons maintenant à x les valeurs $x = 90°$ L'expression 3 devient

$x = 270°$

$$\left.\begin{array}{l} u_3 = A_o - A_2 + B_1 - B_3 \\ u_9 = A_o - A_2 - B_1 + B_3 \end{array}\right\} \longrightarrow u_3 - u_9 = 2 (B_1 - B_3) \qquad (5)$$

Pour $x = o$ et $x = 180°$ l'expression (3) devient :

$$\left.\begin{array}{l} u_o = A_o + A_1 + A_2 + A_3 \\ u_6 = A_o - A_1 + A_2 - A_3 \end{array}\right\} \longrightarrow u_o - u_6 = 2 (A_1 + A_3) \qquad (6)$$

Les relations 5 et 6 jointes à la relation (4) permettent alors de déterminer

$$B_1 = \frac{1}{2} (u_3 - u_9) + B_3$$

$$A_1 = \frac{1}{2} (u_o - u_6) + A_3$$

$$A_2 = \frac{1}{4} (u_o - u_3 + u_6 - u_9)$$

Calcul de B_2 : On trace le graphe de $u(x)$ et on lit les valeurs aux points $x = 45 , 135 , 225 , 315$: $\bar{u}_1 , \bar{u}_3 , \bar{u}_5 , \bar{u}_7$

$$B_2 = \frac{1}{4} (\bar{u}_1 - \bar{u}_3 + \bar{u}_5 - \bar{u}_7)$$

- APPENDICE - VIII -

On relève les ordonnées y et y' aux points d'abcisse $x = \frac{360}{12} \cdot n \; (0 \leqslant n < 12)$ ainsi qu'aux points x = 45°, 135°, 225° et 315° sur les enregistrements des température au centre et sur l'une des faces de l'échantillon pendant une période (ou 360°)

x	0	30	45	60	90	120	135	150	180	210	225	240	270	300	315	330	360
u	u_0	u_1	$\bar{u}_1$	u_2	u_3	u_4	$\bar{u}_3$	u_5	u_6	u_7	$\bar{u}_5$	u_8	u_9	u_{10}	$\bar{u}_7$	u_{11}	u_{12}
y cm	0	2,8	4,5	6,12	9,6	12,3	13,05	13,26	11,81	8,2	6	3,5	[illegible]	[illegible]	[illegible]	-1,8	[illegible]
y'cm	-1,3	1,1	2,68	4,32	7,9	11,1	12,44	13,2	13,0	10,23	6,2	3,85	1,2	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

$a_0 = \frac{1}{12}(u_0 + \ldots + u_{11}) = 5,341$

$a'_0 = \;\;"\;\;\;\;\;"\;\; = 5,214$

$a_3 = \frac{1}{6}(u_0 - u_2 + u_4 - u_6 + u_8 - u_{10}) = 0,0266$

$a'_3 = \;\;"\;\;\;\;\;"\;\; = 0,0066$

$b_3 = \frac{1}{6}(u_1 - u_3 + u_5 - u_7 + u_9 - u_{11}) = 0,0233$

$b'_3 = \;\;"\;\;\;\;\;"\;\; = 0,0383$

$a_1 = \frac{1}{2}(u_0 - u_6) + a_3 = -5,9616$

$a'_1 = \;\;"\;\; = 7,193$

$b_1 = \frac{1}{2}(u_3 - u_9) + b_3 = 4,8267$

$b'_1 = \;\;"\;\; = 3,312$

$a_2 = \frac{1}{4}(u_0 - u_3 + u_6 - u_9) = 0,5925$

$a'_2 = \;\;"\;\; = 0,675$

$b_2 = \frac{1}{4}(\bar{u}_1 - \bar{u}_3 + \bar{u}_5 - \bar{u}_7) = -0,095$

$b'_2 = \;\;"\;\; = 0,21$

d'où :

$$y = 5,341 - 5,9616 \cos x + 0,5925 \cos 2x + 0,0266 \cos 3x + 4,8267 \sin x - 0,095 \sin 2x - 0,0233 \sin 3x$$

$$y' = 5,214 - 7,193 \cos x - 0,675 \cos 2x - 0,0066 \cos 3x - 3,312 \sin x + 0,21 \sin 2x - 0,0038 \sin 3x$$

$\operatorname{tg} \varphi_1 = \frac{4,8267}{5,9616}$ $\quad \operatorname{tg} \varphi_2 = \frac{0,095}{0,5925}$

$\operatorname{tg} \varphi'_1 = \frac{3,312}{7,193}$ $\quad \operatorname{tg} \varphi'_2 = \frac{0,21}{0,675}$

Calcul de la diffusivité :

$$t_g \Delta_1 \Phi = \frac{t_g \Phi_1 - t_g \Phi'_1}{1 + t_g \Phi_1 \cdot t_g \Phi'_1} = -\frac{14,97363}{58,8678} = -0,254$$

En posant $X = \sqrt{\pi x / aT}$ on obtient d'aprés la formule :

$$0,254 = X^2\left(1 + \frac{1,4}{9} X^4 + O(X^8)\right) \Rightarrow X^2 = 0,2515 \quad \text{or} \quad x = 8 \text{ mm.}$$

d'où :

$$a = \frac{\pi x^2}{T X^2} = \frac{\pi \cdot 64}{900 \cdot 0,2515} \cdot 10^{-6} \simeq 0,89 \cdot 10^{-6} \ m^2/s$$

Si l'on utilise les déphasages entre les deux premiers harmoniques de chacun des enregistrements y et y' pour calculer la diffusivité on obtient alors :

$$t_g \Delta_2 \Phi = -\frac{0,1885}{0,38} = -0,497 \Rightarrow X^2 = 0,479$$

$$a_1 = \frac{2 \pi x^2}{T X^2} = \frac{128 \pi}{900 \times 0,479} \cdot 10^{-6} = 0,93 \cdot 10^{-6} \ m^2/s$$

BIBLIOGRAPHIE

-[1]- P. THUREAU - Etude d'une méthode de mesure des températures utilisant la sensibilité thermique des couleurs de fluorescence. Application à l'étude de phénomènes thermiques relevant de la mécanique des fluides -
(Thèse de Doctorat es Sciences 1955 et Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air N° 349)

-[2]- J.P. LEROUX - Etude sur la détermination des températures de surface par l'intermédiaire des émissions de minces revêtements luminescents -
(Thèse de Doctorat es-Sciences et Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air NT.119 Journal de Physique - Tome 26 -Avril et Juillet 1965)

-[3]- Comptes rendus d'activité du Laboratoire de Recherches sur les échanges thermiques de la Faculté des Sciences de Paris -

-[4]- Photothermomètre - Brevets CNRS N° 1191656 et 1252689

-[5]- R.J. VIDAL - Model instrumentation techniques for heat transfer and force measurement in a hypersonic shock tunnel -
Cornel Aéro labo Report A D 917 A 1 (Feb. 1956) (CEDOCAR) Buffalo New York

-[6]- J. MAULARD - Etude du fluxmètre à température superficielle pour mesurer dans les tubes à choc -
O N E R A N T N°139 (1969)

-[7]- HAMID DAHEL - Sondes à film mince et leur application à la mesure des faibles flux de chaleur instationnaires au tube à choc -
(Thèse 30 Juin 1965)

[8] - R. BRUN - J.C. CLEBANT - H. DAHEL - Technique des mesures des faibles flux de chaleur au tube à choc -
Labo de mécanique des fluides . Faculté des Sciences de Poitiers -
Revue de Physique appliquée Juin 1966 Tome 1 N° 2

[9] - A.J. LADERMAN - C.J. HECHT , A.K. OPPENHEIM -
Thin film Thermométry in detonation research Page 941 - 947 -
Température : Its Measurement and control in science and industry Volume III part. 2 Applied Méthods and instruments .
Edited by A. Dahl - Reinhold publishing corporation .

[10] - J.GOSSE - Etude de la convection par les fils aux faibles nombres de Reynolds-
(Thèse de Doctorat es-Sciences POITIERS 1955)

[11] - C. AFFORTIT - Mesure de la chaleur spécifique des métaux jusqu'à leur température de fusion -
(Rapport CEA R 32 87 - 1967 CENFAR)

[12] - Faddeeva and Tarentev - Tables of values of the function w for a complex argument (Gosudarstv Izdat - Techn.Teor. Lit. Moscow 1954)

[13] - CARSLAW and JAEGER - Conduction of heat in solids - 1959 - 2ème édition - Oxford at the Clarendon Press § 3.11 VI p. 126)

[14] - D. CURIE - "Luminescence cristalline " DUNOD

[15] - P.R. THORNTON - Scanning Electron microscope - Chapman and Hall -

[16] - GOUFFE - Transmission de la chaleur par rayonnement -
(Collection de l'ANRT)

[17] - J.Ch. GILLE - P. DECAULNE - M. PELEGRIN - Dynamique de la commande linéaire (DUNOD)

[18] - P. NASLIN - Les régimes variables dans les systèmes linéaires et non linéaires (DUNOD)

[19] - PALAZY - Thèse de Doctorat 3ème Cycle PARIS 196 -

[20] - CARSLAW and JAEGER - Conduction of heat in solids § 3.8 fig. 15 p. 113

[21] - M. VERNOTTE - Thermocinétique -1949 - N° 224 - Publications scientifiques et techniques du Ministère de l'Air.

[22]- M. MARTINET - Détermination des constantes thermiques des solides au moyen des méthodes de régime variable -
Publications scientifiques et techniques du Ministère de l'Air
1965 N° 411 -

[23]- WHITTAKER and ROBINSON - The Calculus of observations - 4ième édition - BLACKIE

[24]- CARSLAW and JAEGER - Conduction of heat in solids -

1) § 10.4 II p. 261 et § 13.7 IV p. 345
2) § 12.3 p. 301
3) § 12.5 III p. 310
4) § 12.8 p. 319
5) § 12.4 (ii) p.306
6) APPENDIX V Table of Laplace Transforms

[25]- GIERE - Transient heat flux in a composite slab with constant flux and zero boundary conditions
Applied scientific research A Vol. 14 N° 3 1964 - 1965

[26]- MATRICON - Etude de la répartition de la chaleur dans l'anticathode d'un tube à rayons x.
Journal de Physique et du radium 1951 -12-

- TABLEAU I -

ZnS (Cu) Granulométrie moyenne 25 microns

T_i	20	20	20	159	159	159	315	315	315	315	470	470	21	21	22	22	22	22
ΔT	37	37	37	30	30	30	35	35	35	35	45	45	13	23	19	19	19	19
U	6,5	2,5	1	6,5	2,5	1	6,5	2,5	1	0,25	6,5	2,5	6,5	6,5	6,5	2,5	1	0,5
Filtre	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
$\tau_{R(ms)}$	40	65	150	15	40	60	5	5	7,5	10	1	1	35	35	40	70	140	200

T_i	28	28	96	96	257	257	113	113	242	242	330	330	450	25	65	87	22	22	22	22
ΔT	27	27	34	34	52	52	31	31	55	55	70	70	130	67	27	5	24	24	24	24
U	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	2,5	1	0,25
Filtre	3	4	4	3	4	3	3	4	3	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4
$\tau_{R(ms)}$	37	48	40	25	5	4	35	40	5	6	2,5	2,5	1	65	60	55	45	90	150	250

même T_f

T_i	75	75	75	213	213	213	213	284	284	284	122	122	122	29	29	29	23	23	121	121
ΔT	7	7	7	27	27	27	27	31	31	31	16	16	16	24	24	24	23	23	13	13
U	6,5	2,5	0,25	6,5	2,5	1	0,25	6,5	2,5	0,25	6,5	2,5	0,25	6,5	2,5	0,25	6,5	1	6,5	1
Filtre	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	3	3	3	3	3	3	3
$\tau_{R(ms)}$	40	85	200	15	20	40	60	5	8	14	30	40	160	30	50	120	30	70	30	65

- TABLEAU II -

ZnS CdS (Cu) granulométrie moyenne 25 microns

T_i	25	25	25	25	113	113	113	113	248	248	248	248	460
ΔT	25	25	25	25	13	13	13	13	36	36	36	36	40
U	6,5	2,5	1	0,25	6,5	2,5	1	0,25	6,5	2,5	1	0,25	6,5
Filtre	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
$\tau_{R(ms)}$	50	100	200	370	15	35	60	80	12	15	15	17,5	1,6

ZnS (Ag) granulométrie moyenne 6 microns

T_i	22	22	22	23	23	79	27
ΔT	21	21	21	5	5	40	95
U	6,5	2,5	1	6,5	6,5	6,5	1
Filtre	3	3	3	3	3	3	3
$\tau_{R(ms)}$	20	40	60	16	16	5	15

: Durée du choc thermique 0,5ms
: " " " " = 8ms
(cf. Photos III-2.4.1 a et b)

: L'excitation est modulée à 100 Hz

- TABLEAU III -

ZnS CdS (Mn, Au) Granulométrie moyenne 4 microns

T_i	23	23	23	23	23	23	23	23	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24		
ΔT	24	24	24	24	24	24	24	24	6	25	25	25	25	25	25	25	25	25		
U	6,5	2,5	1	0,25	6,5	2,5	1	0,25	6,5	6,5	2,5	1	0,5	0,25	6,5	2,5	1	0,25		
Filtre	1	1	1	1	4	4	4	4	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2		
$\tau_{R(ms)}$	4	6	13	18	4	8	13	20	4	4	7,5	10	14	20	4	6	10	20		

T_i	130	130	130	130	130	130	130	28	48,5	62,5	28	28	28	48,5	48,5	48,5	62,5	62,5	62,5	
ΔT	12	12	12	12	12	12	12	48	27,5	13,5	48	48	48	27,5	27,5	27,5	13,5	13,5	13,5	
U	6,5	2,5	1	6,5	2,5	1	0,25	6,5	6,5	6,5	2,5	1	0,25	2,5	1	0,25	2,5	1	0,25	
Filtre	2	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
$\tau_{R(ms)}$	1,2	1,2	1,2	1	1,2	1,5	1,5	3-4	3,5-4	3,3-4	6-7	10	15-20	6	8	18	6	8	13	

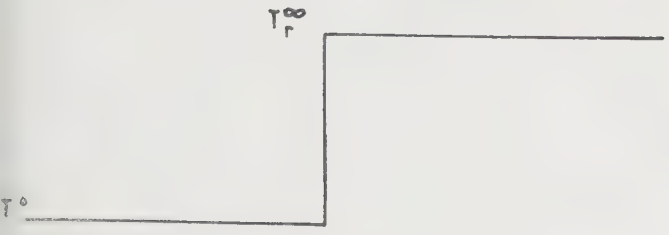


Fig.I
Fonction "echelon"de référence
(diagramme d'Heaviside)

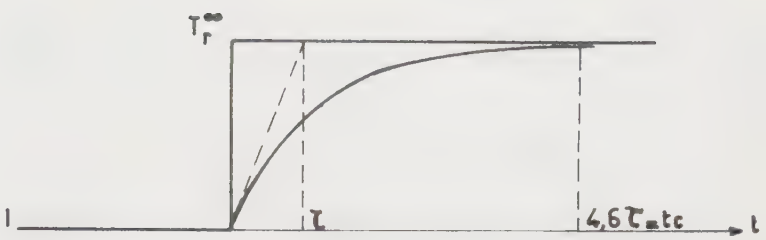


Fig.I.I.2a
Thermogramme correspondant

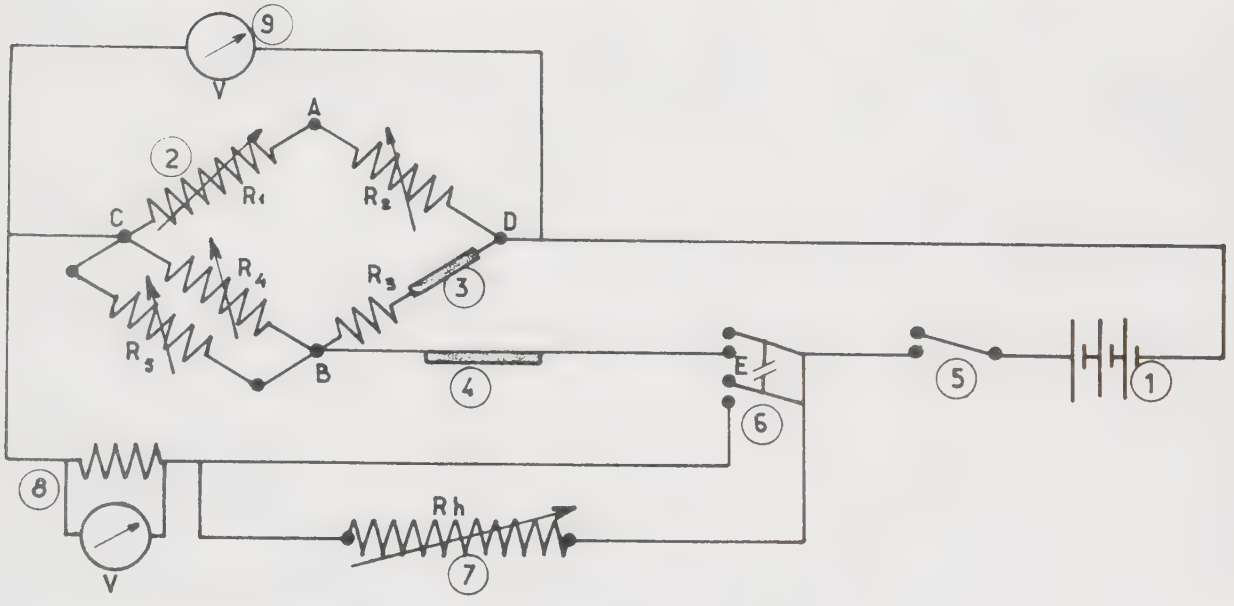
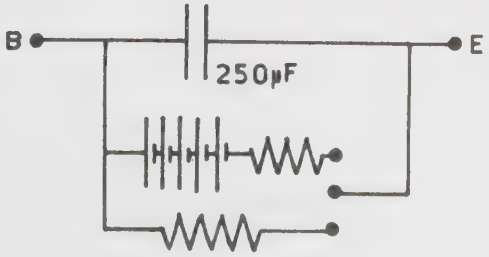


Fig.I.2.Ia
Schéma électrique du dispositif de thermogénèse

Variante :



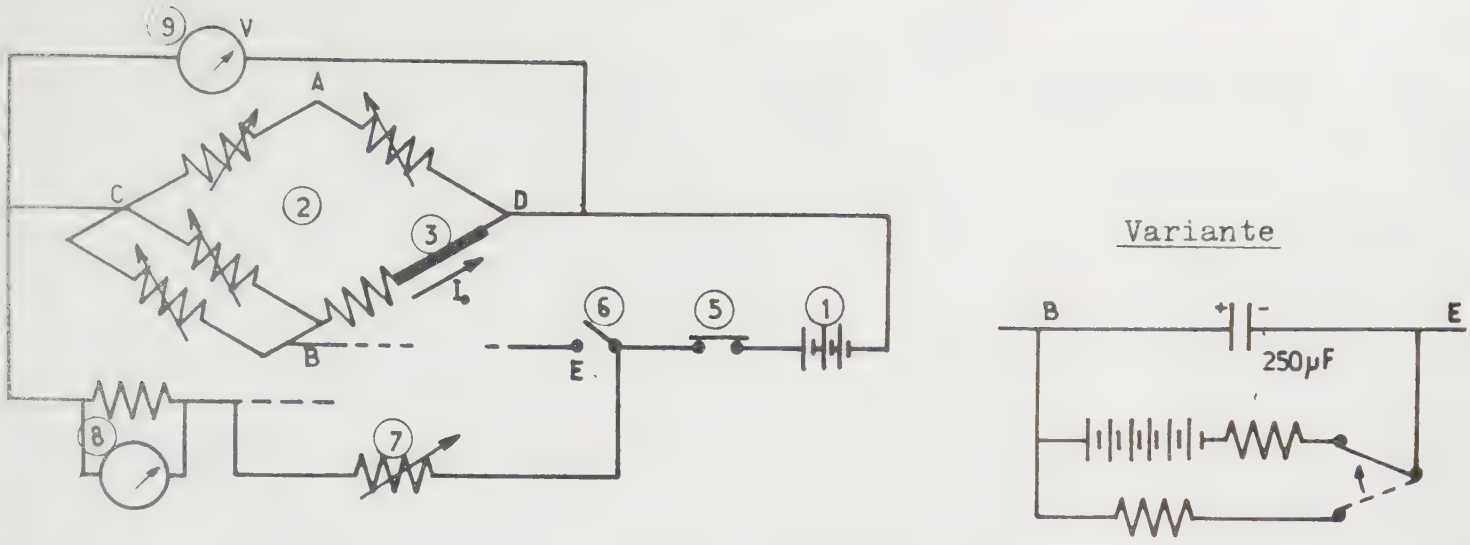


Fig. I.2Ib Partie active du circuit électrique avant l'impulsion.

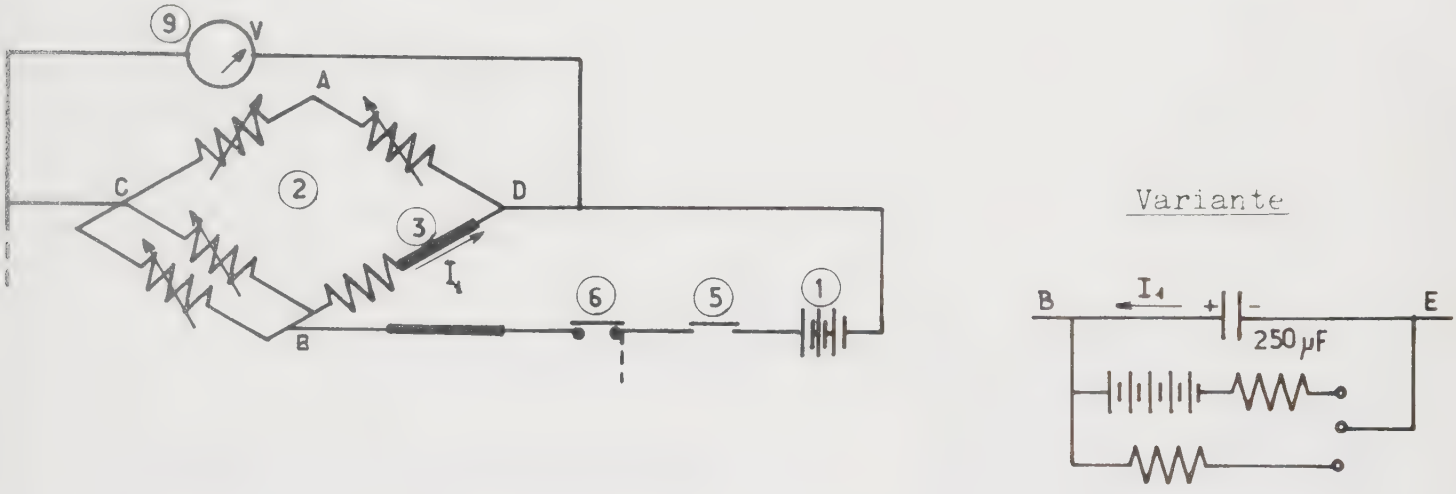


Fig. I.2Ic Partie active du circuit électrique pendant l'impulsion.

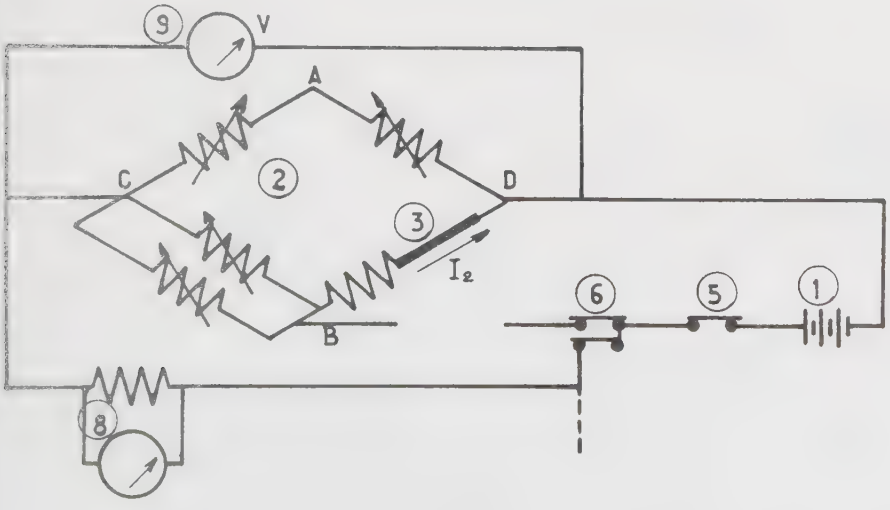


Fig. I.2Id Partie active du circuit électrique après l'impulsion

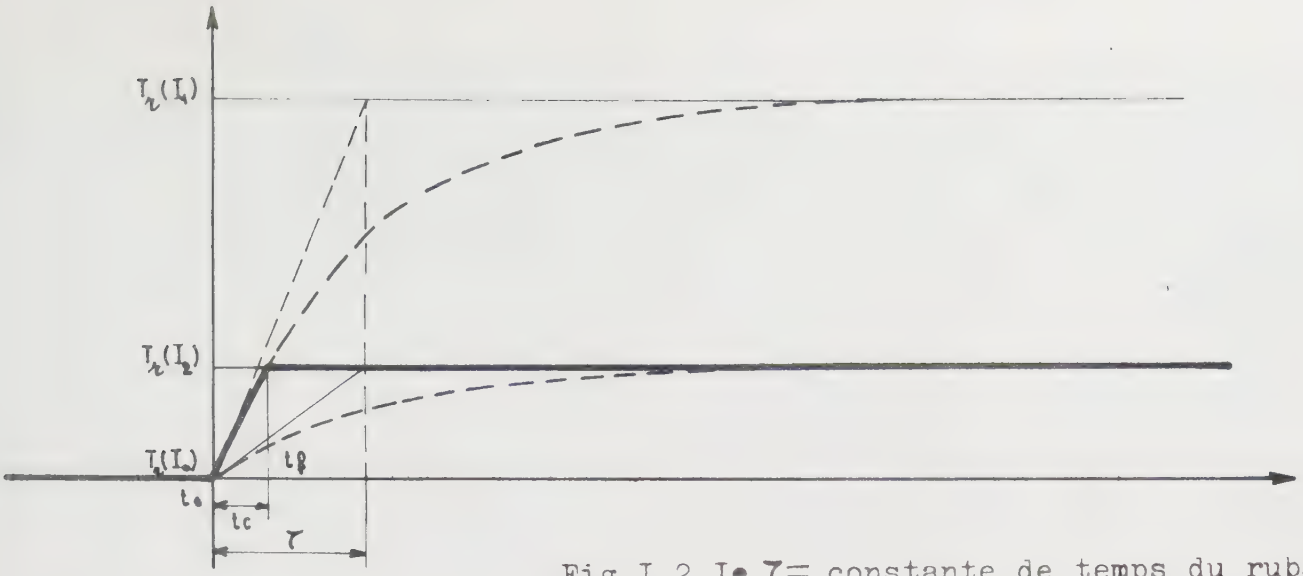


Fig.I.2.Ie τ = constante de temps du ruban
t_c = durée de l'impulsion

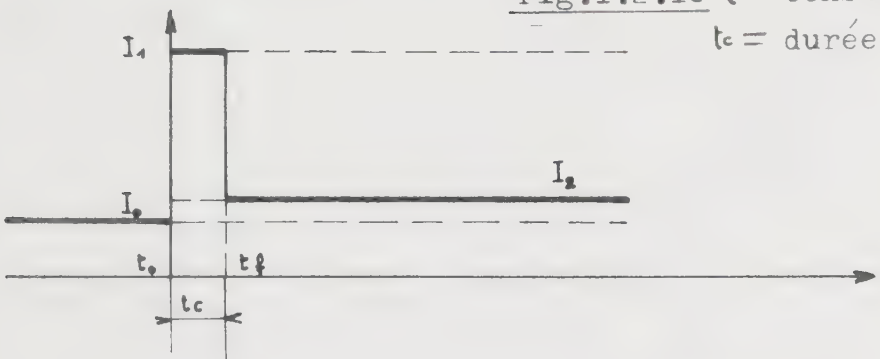
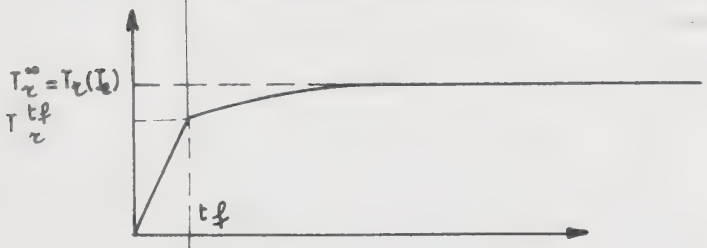


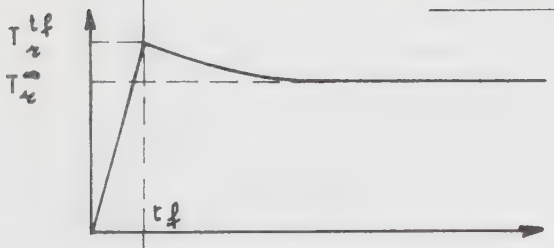
Fig.I.2.Ii

Principe de la méthode de réalisation d'un "chaud thermique"



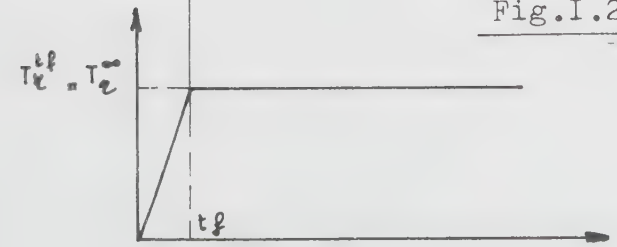
Thermogramme correspondant à une largeur trop importante du fusible ou à une charge excessive du condensateur.

Fig.I.2.If



Thermogramme correspondant à une largeur trop importante du fusible ou à une charge excessive du condensateur.

Fig.I.2.Ig



Thermogramme correspondant à une charge du condensateur convenable.

Fig.I.2.Ih

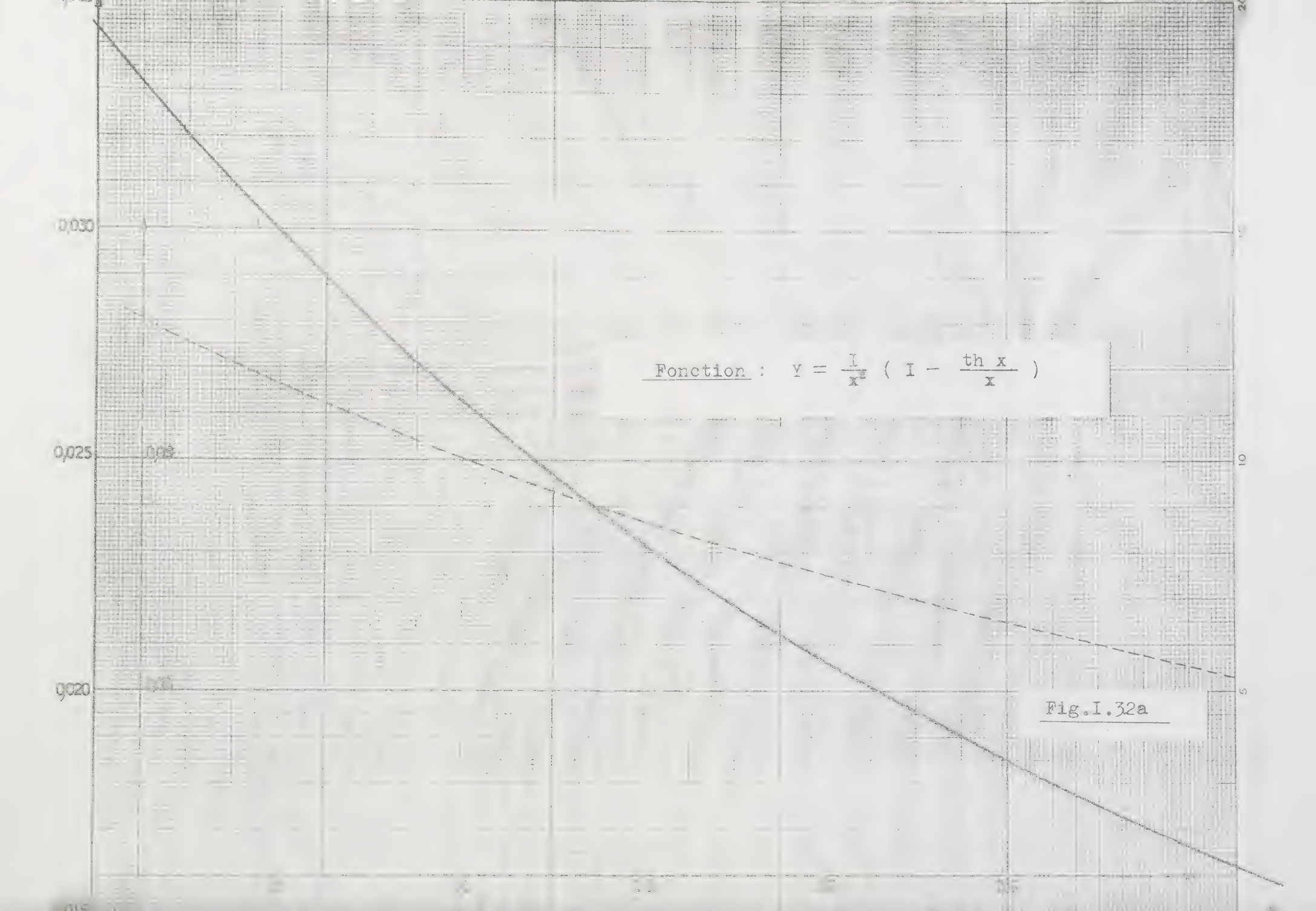
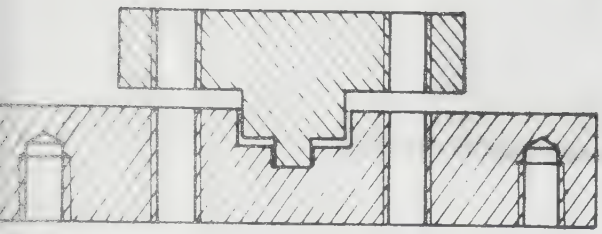
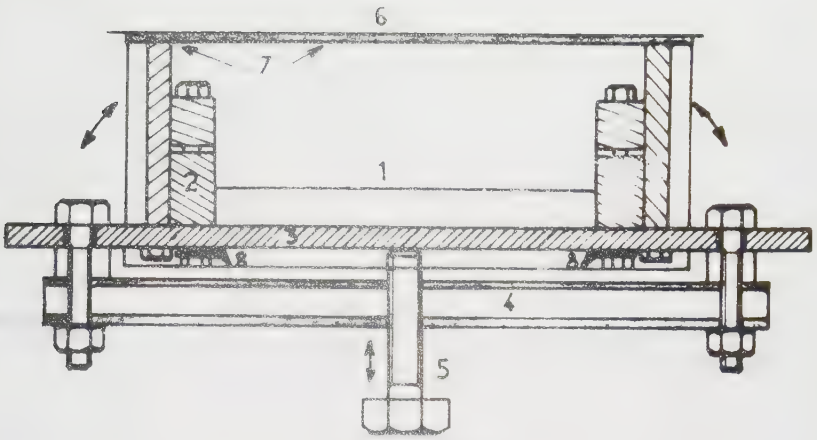

0,030
0,025
0,020
Fonction : $Y = \frac{I}{x^2}\left(I - \frac{\text{th } x}{x}\right)$

Fig.I.32a



Echelle:1



Echelle : 0,6

(1) Rotor d'aluminium
(2) Support laiton
(3) Plaque de plexiglass
(4) Tube de laiton
(5) Vis de flexion de la plaque de plexiglass.
(6) Feuille de mylar
(7) Marti
(8) Fils de jonction avec le pont de wheastone

Fig. I.36.Ia. Coupes axiales d'un support [illegible] de mesure .

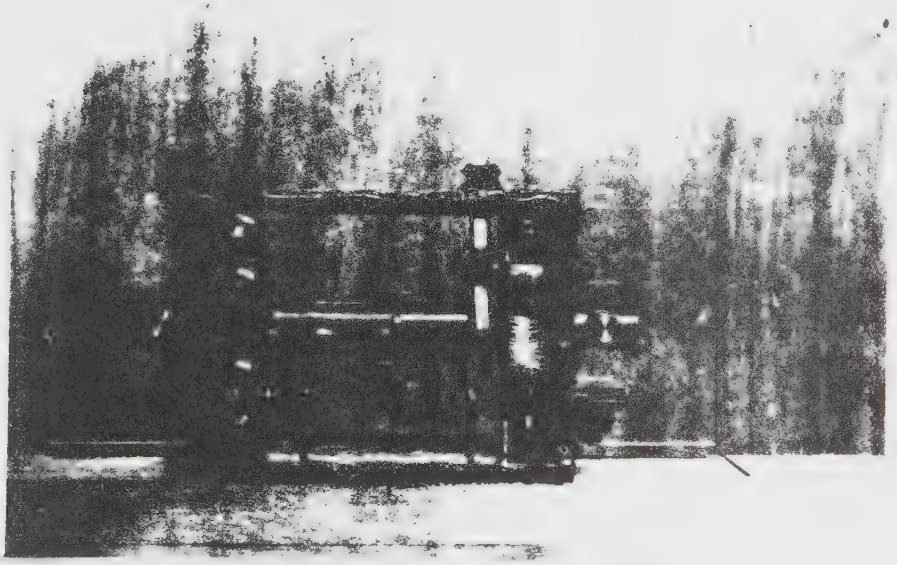
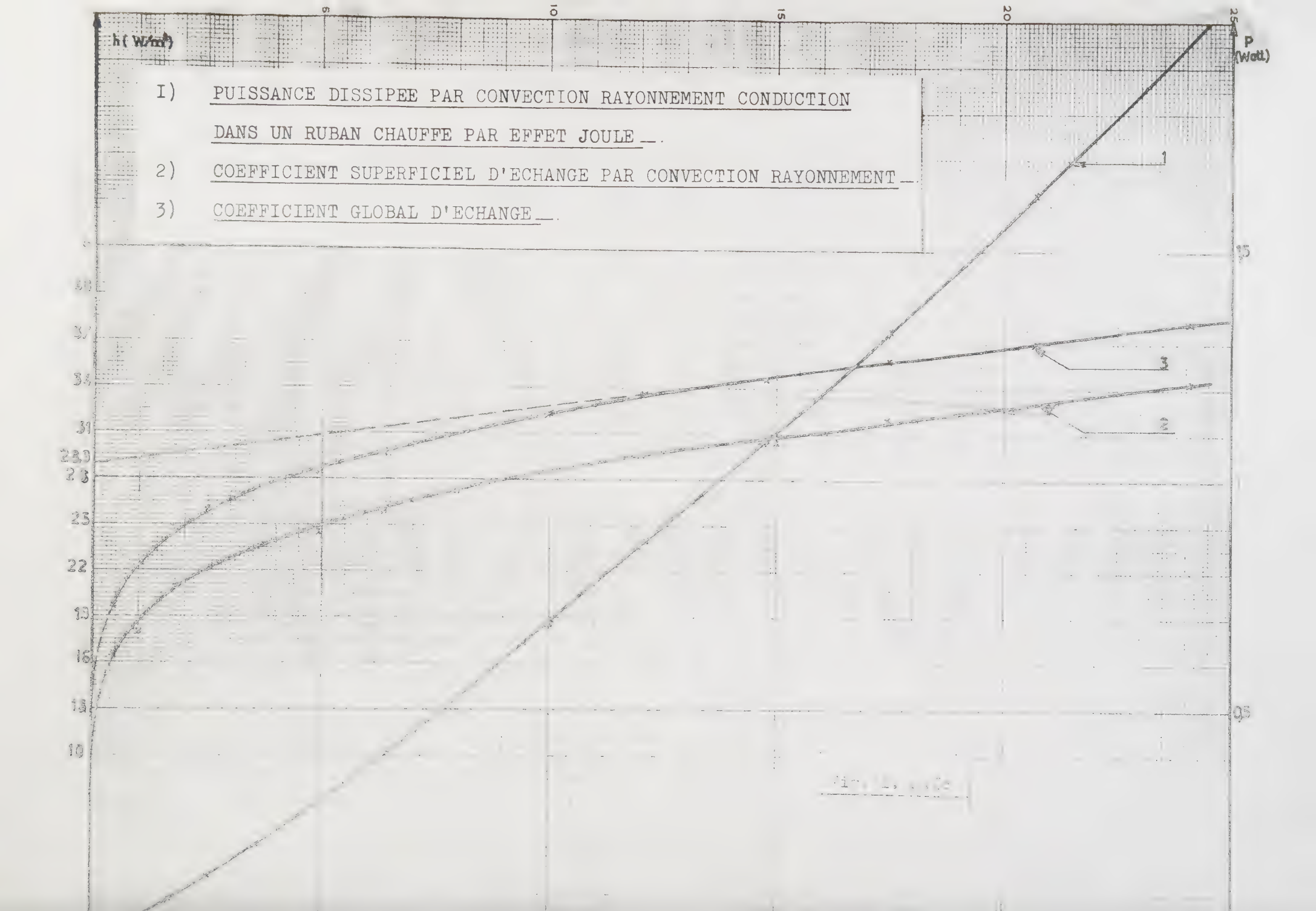
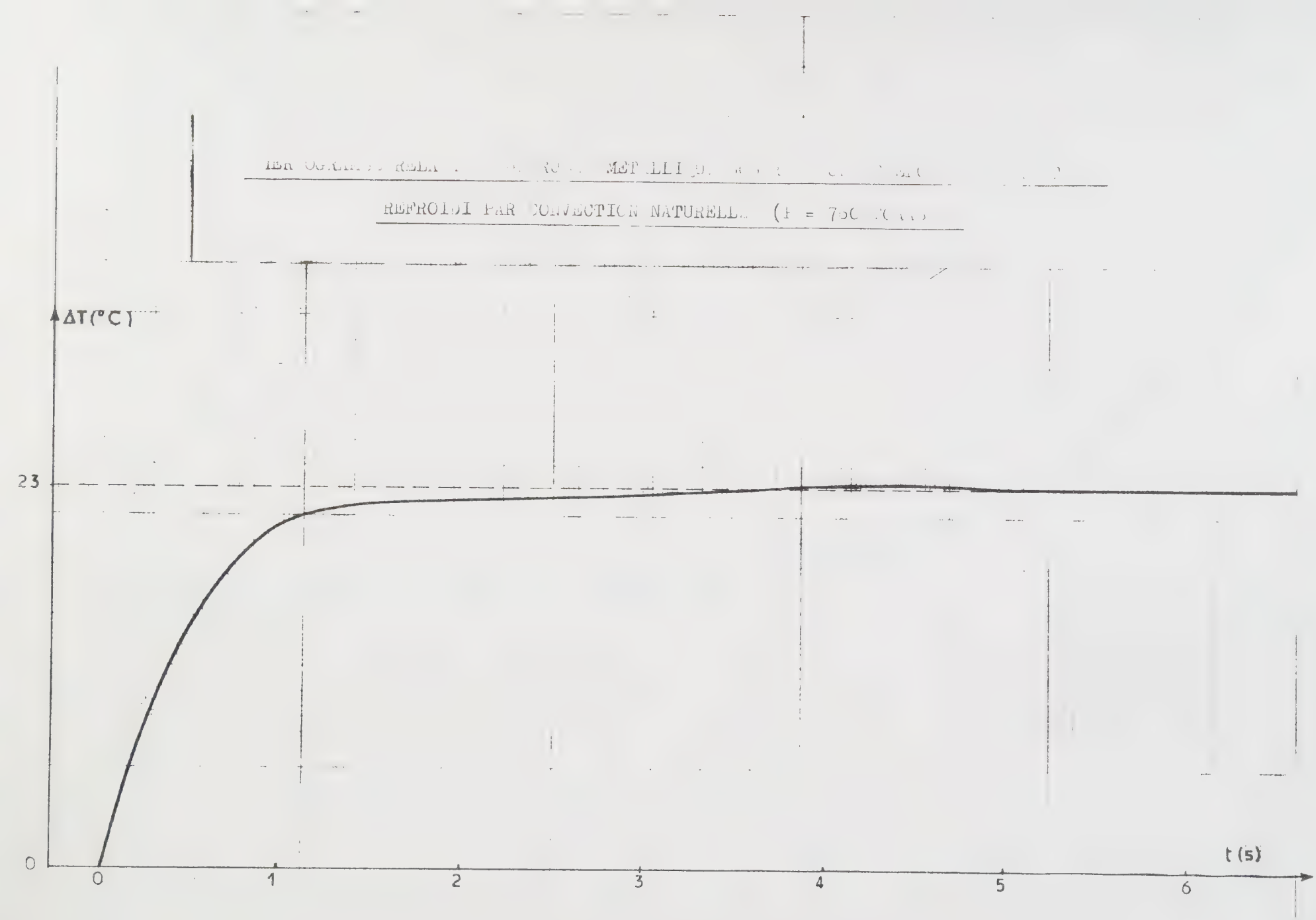


Fig. I.36.Ib
Photographie de l'enceinte


I) PUISSANCE DISSIPEE PAR CONVECTION RAYONNEMENT CONDUCTION
DANS UN RUBAN CHAUFFE PAR EFFET JOULE.
2) COEFFICIENT SUPERFICIEL D'ECHANGE PAR CONVECTION RAYONNEMENT.
3) COEFFICIENT GLOBAL D'ECHANGE.
h(W/m²)
P (Watt)
1
2
3


ΔT(°C)
23
0
0
1
2
3
4
5
6
t (s)

Evolution, consécutive à la mise en fonctionnement du courant, de la température moyenne d'une éprouvette chauffée par effet joule dans l'air calme à P = 766 Torr.

1 = Diagramme de référence (Modèle du § I.3.I)
2 = Diagramme de référence (Modèle du § I.3.4)
3 = Thermogramme
A = 975 °C

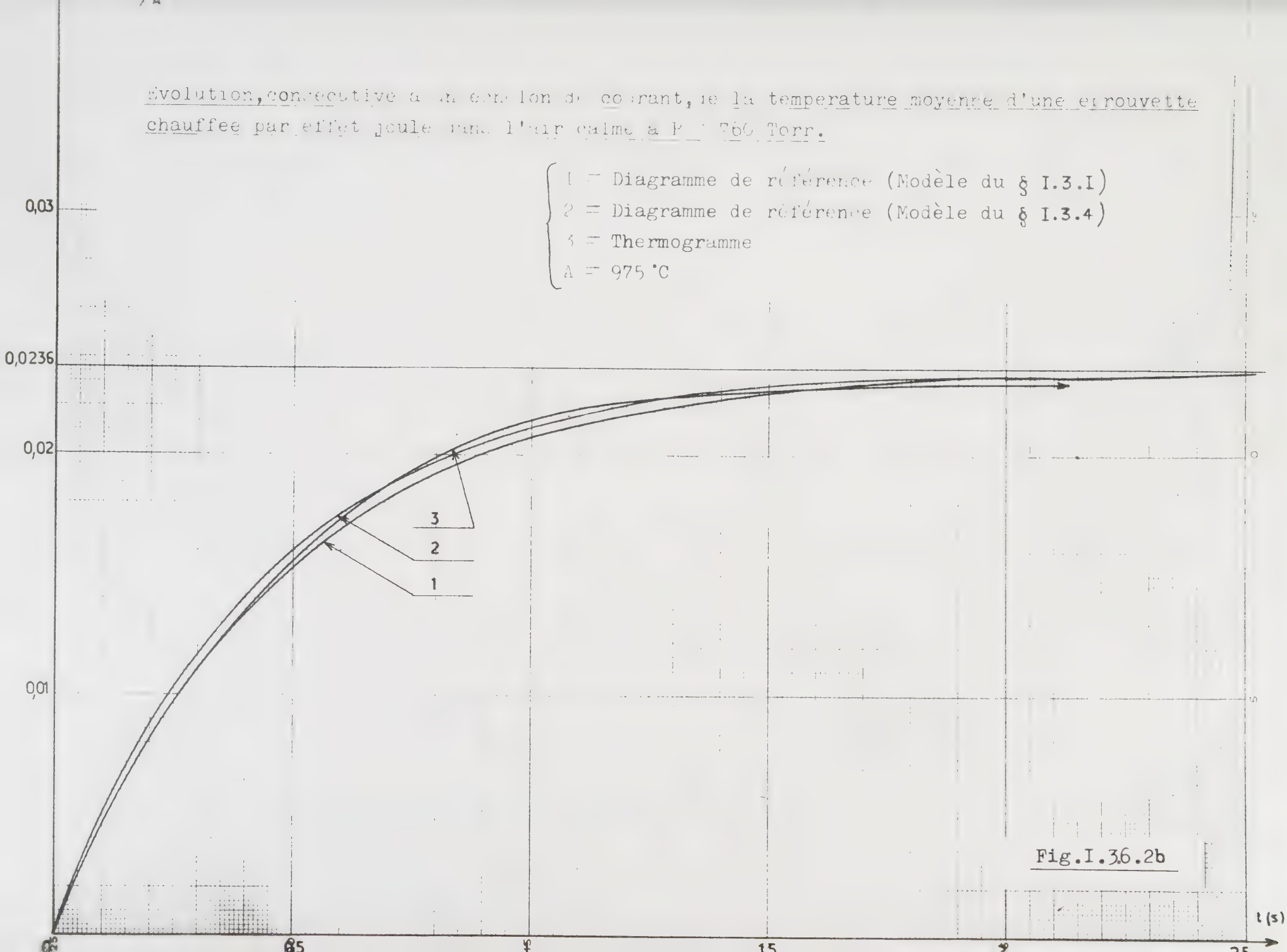
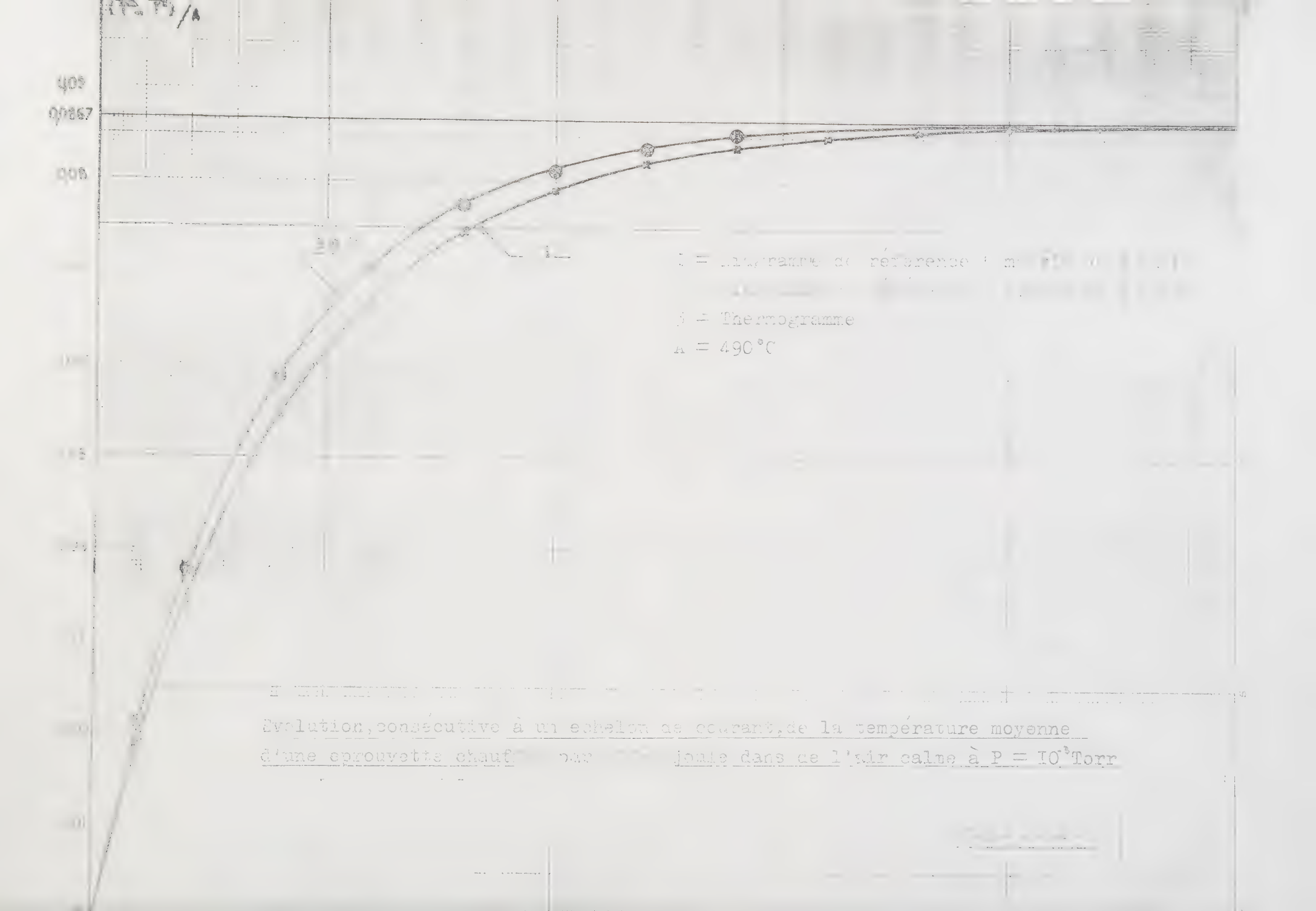


Fig.I.36.2b



= Thermogramme

= 490°C

Evolution, consécutive à un échelon de courant, de la température moyenne d'une éprouvette chauf[illegible] par [illegible] joule dans de l'air calme à P = 10^{-3} Torr

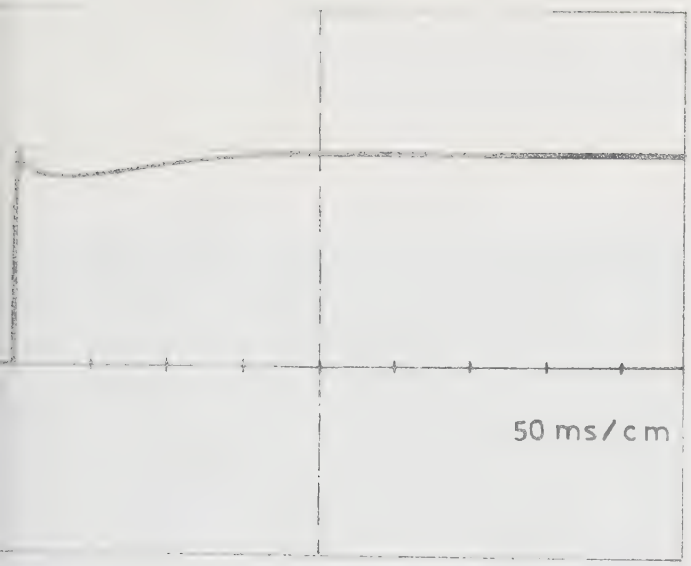


Fig. I.36 3a
Revètement"mince"

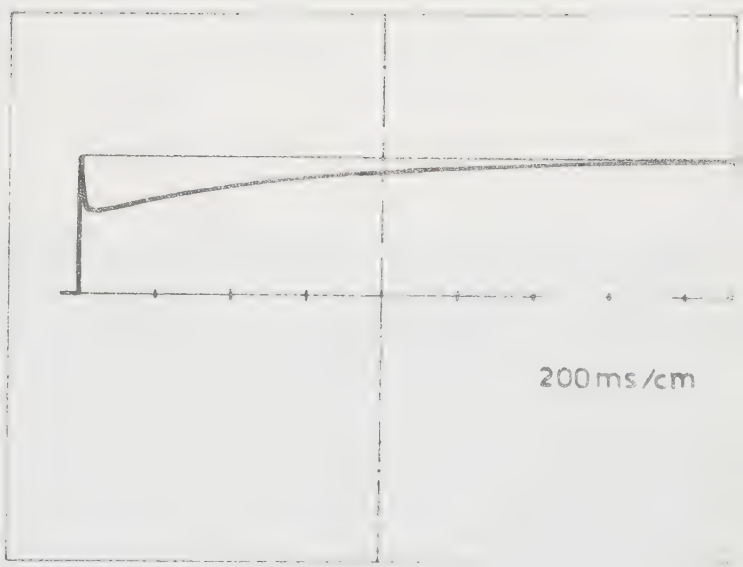


Fig. I.42.1a
Revètement"épais"

Thermogrammes enregistrés au cours de deux expériences de "choc thermi

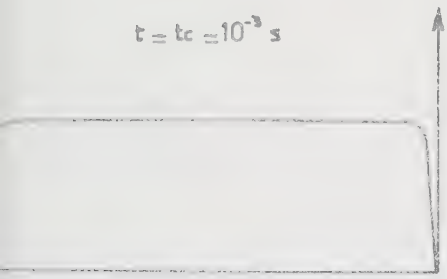


Fig. I.36. 3b

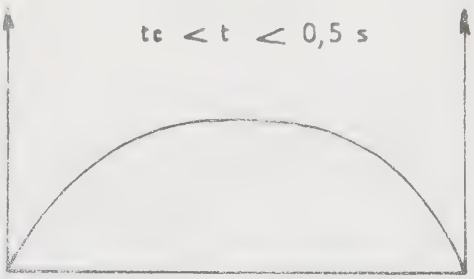


Fig. I.36. 3c

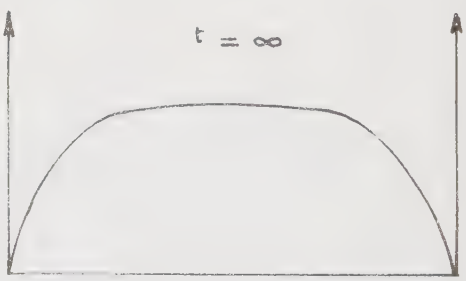


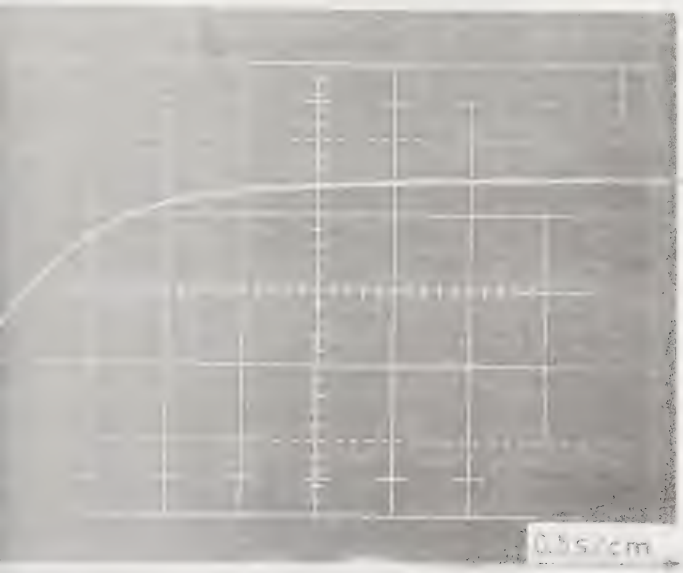
Fig. I.36. 4

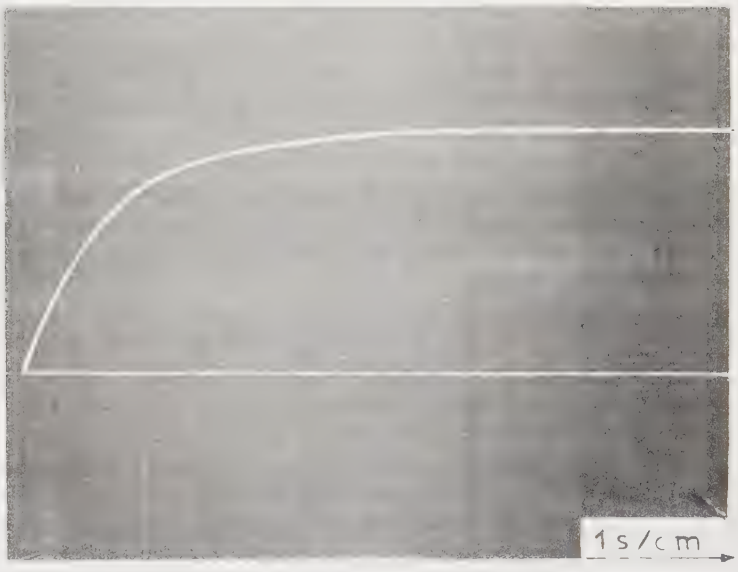
Evolution de la distribution de température dans un ruban au cours d'une expérience de choc thermique.

1 : Ruban d'aluminium
2 : Revètement localisé
3 : Zone intacte
4 : Zone fondue

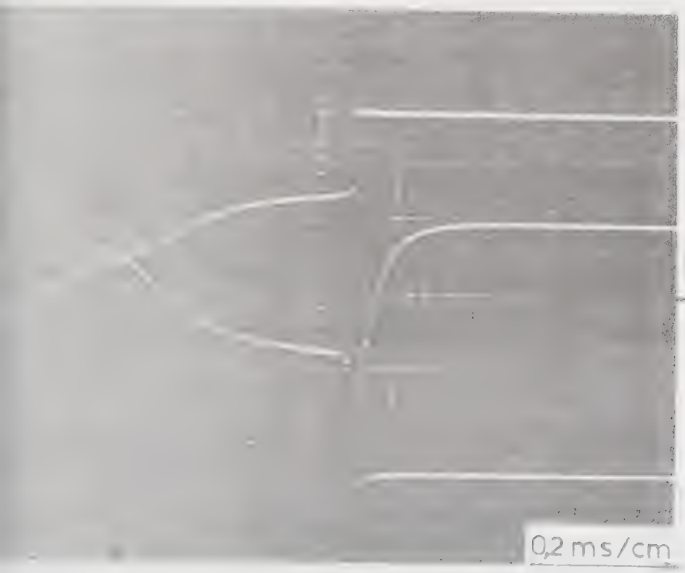
Fig. I.42.2b Comportement du ruban support d'un revètement localisé à la suite d'une fausse manoeuvre le mettant en court circuit.

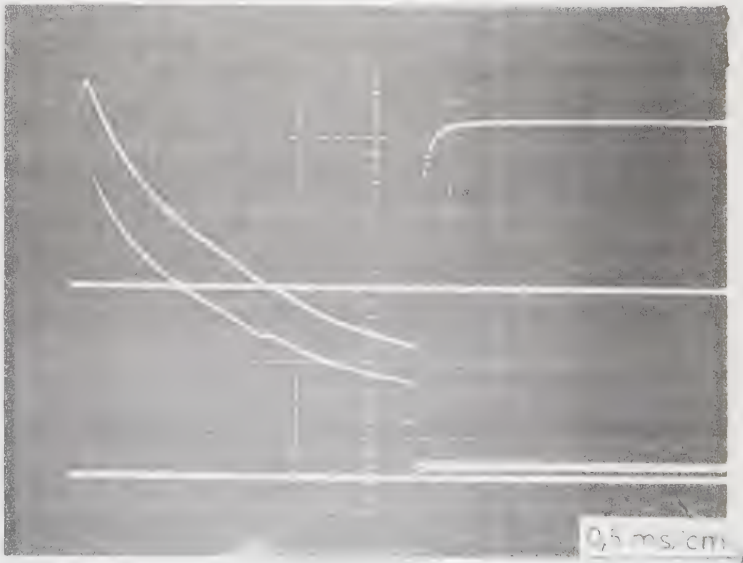
VOLUTION CONSECUTIVE A UN ECHELON DE COURANT DE LA TE..PERATURE MOYENNE D'UN RUBAN SUPPORT D'UN REVETE..ENT





ENREGISTRE..ENTS DE LA TENSION ET DE L'INTENSITE TRAVERSANT UN RUBA.. SUPPORT D'U.. REVETE..ENT PENDANT UN CHOC THER..IQUE ET DE LA TE..PERATURE MOYENNE DE CE RUBAN APRES LE CHOC THER..IQUE





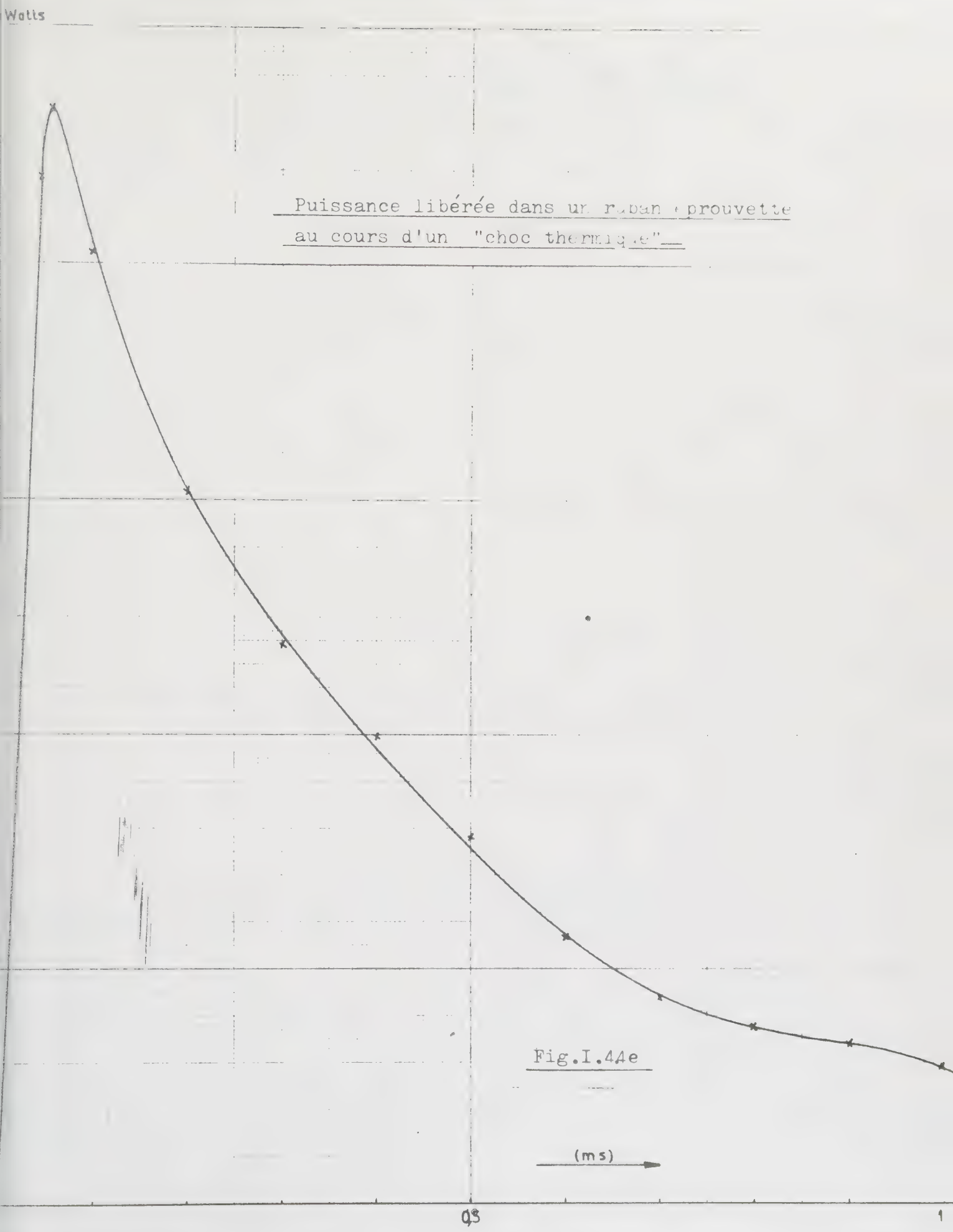
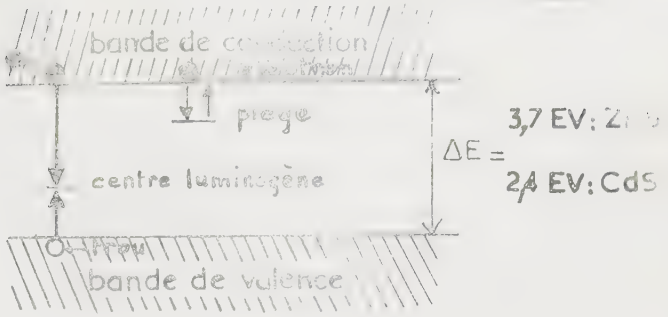

Watts
Puissance libérée dans un ruban éprouvette
au cours d'un "choc thermique"
(ms)
0,5
1

Fig.I.44e



SPECTRE D'EMISSION DU ZnS(Cu)

TEMPERATURE DE DECROISSANCE ET EXTINCTION THERMIQUE DES BANDES D'EMISSION D'UN ZnS(Cu)

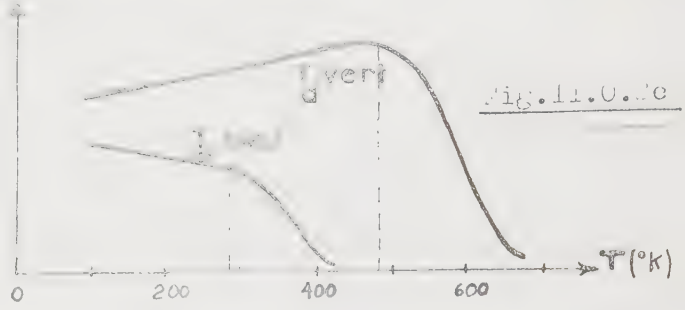


Fig.II.0.2e

STIMULATION ET "QUENCHING" SOUS EXCITATION

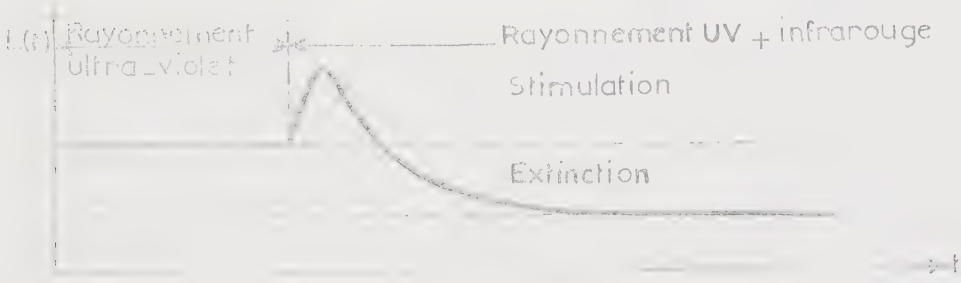


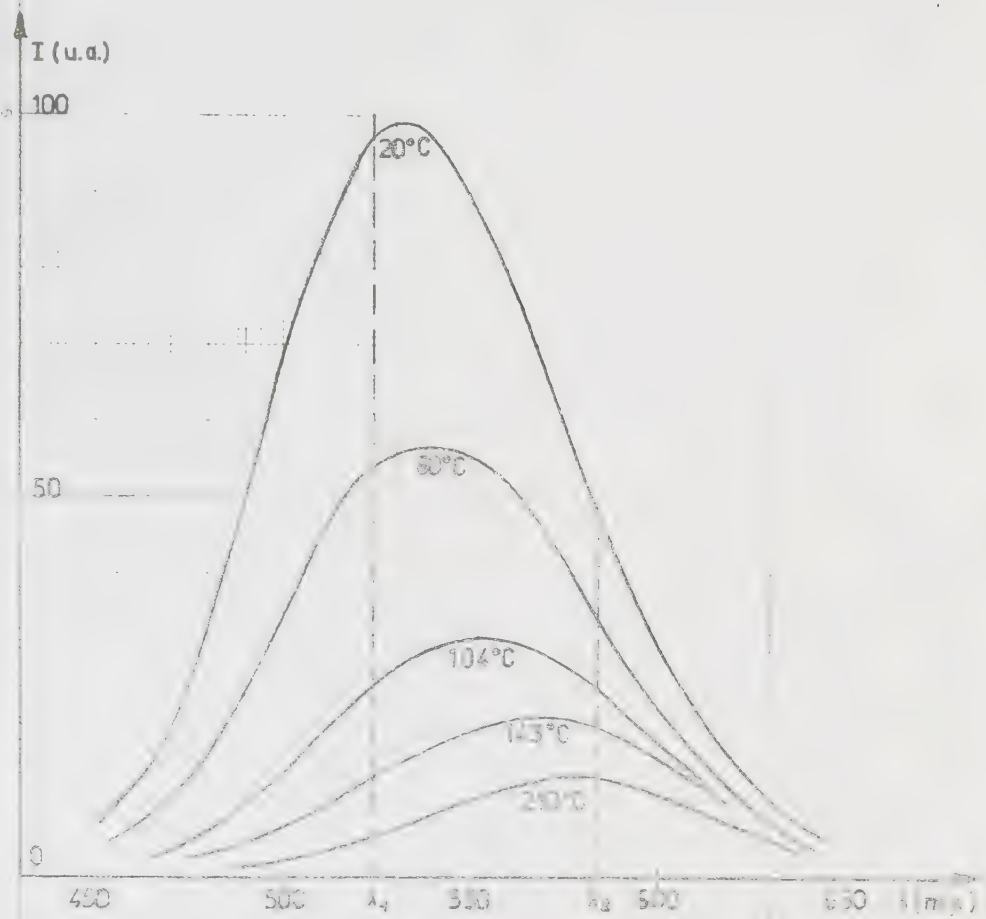
Fig.II.0.2f

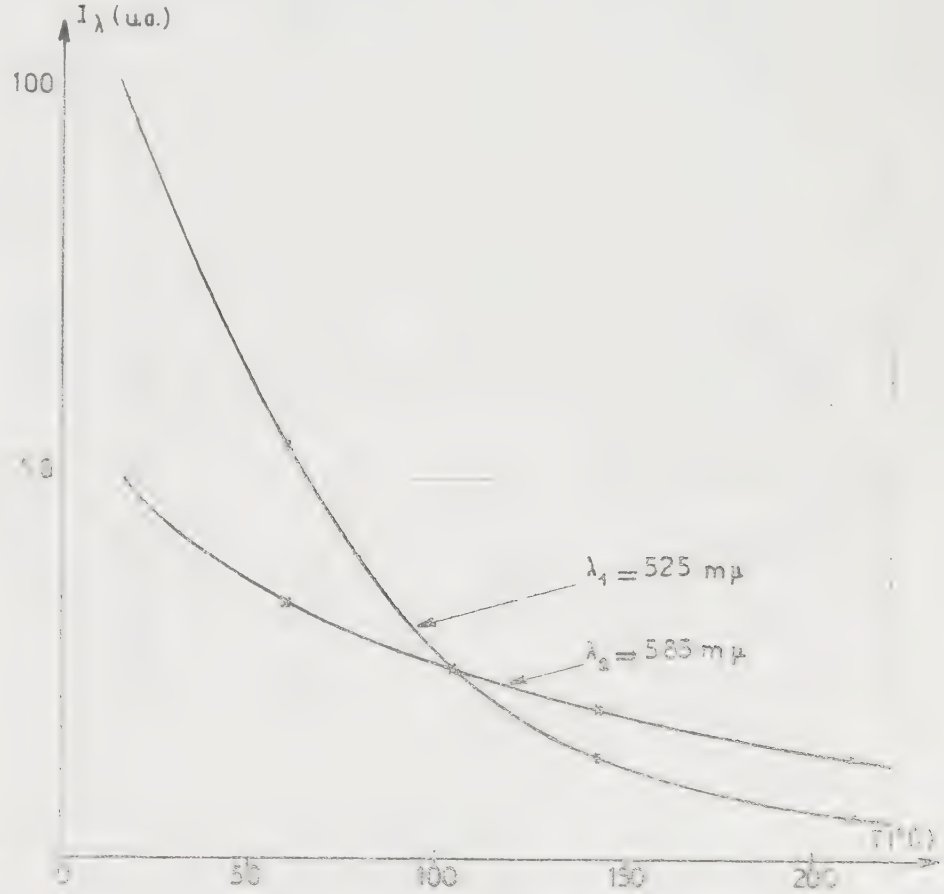
REPONSES CARACTERISTIQUES A UN CHOC THERMIQUE

Fig.II.0.2g

Spectres d'emission d'un ZnS Cu Cl (In , Mn)
relevés à diverses températures

Variation, en fonction de la température de l'emission lu in use correspondant à chacune des deux bandes d'emission centrees à 525 et 585 mμ





$$C_t\,(\lambda_1, \lambda_2) = \frac{I\,(\lambda_2)}{I\,(\lambda_1)}$$

Fig.II.0.3a

5 PAPIERS CANSON France

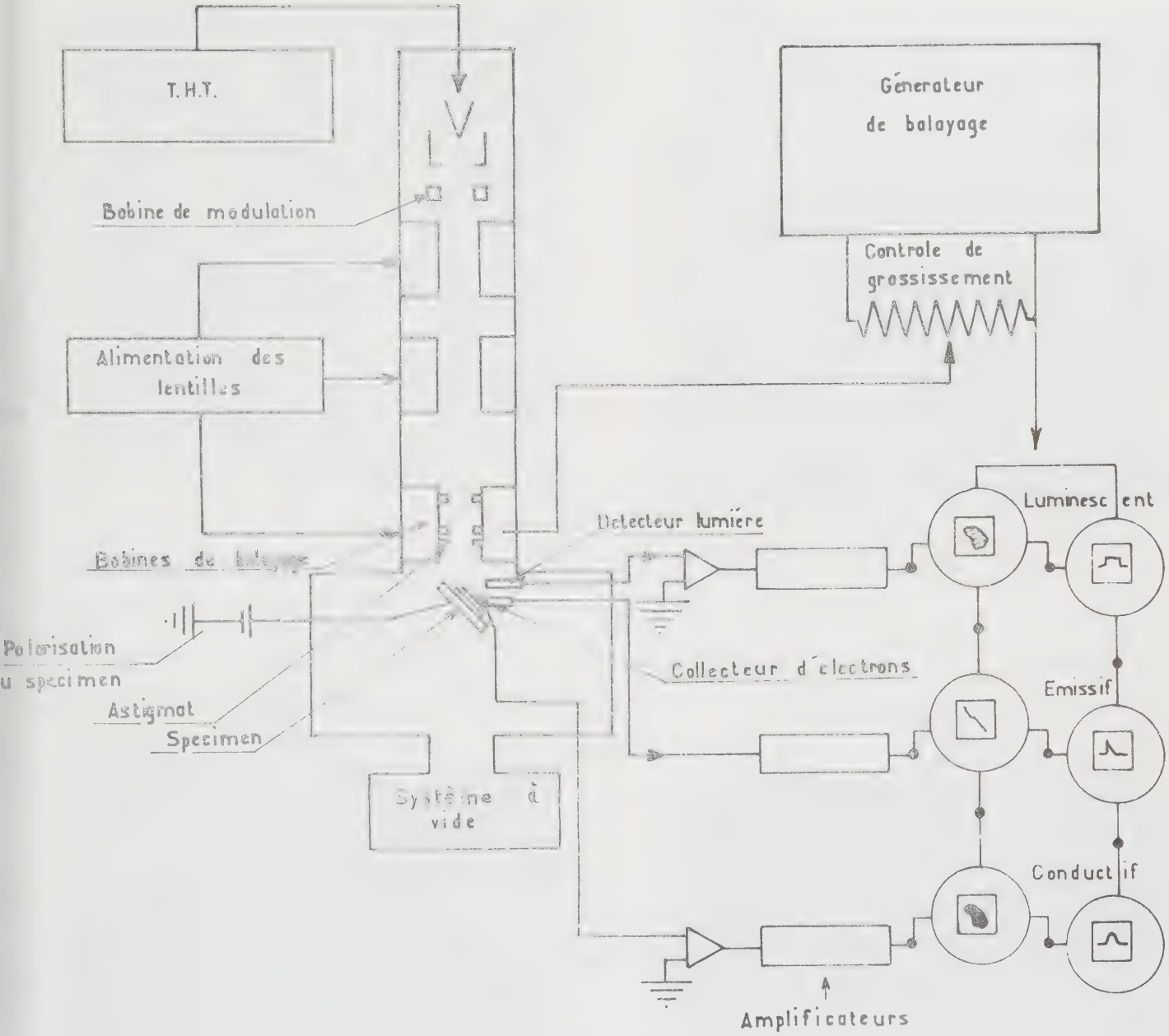


Fig.II.I.Ia Principe du microscope electronique à balayage.

ZnS CdS(Mn Au)

G=440

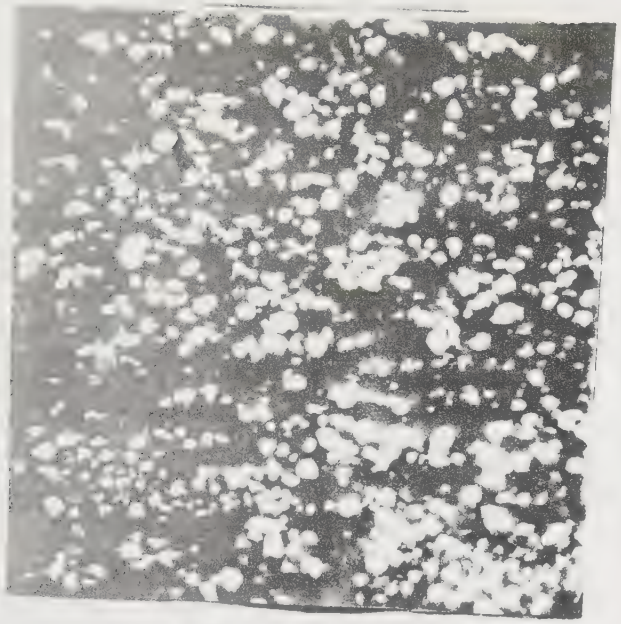


Fig.II.Ia

ZnS CdS(Mn Au)

G=440

Fig.II.Ib

ZnS CdS(Mn Au)

G=1400

Fig.II.Ic

ZnS CdS(Mn Au)

G=3500

Fig.II.Id

Fig.II.Ie

Fig.II.I

Fig.II.Ig

Fig.II.Ih

[illegible](Cu)

Fig.II.1i

[illegible] (Cu)

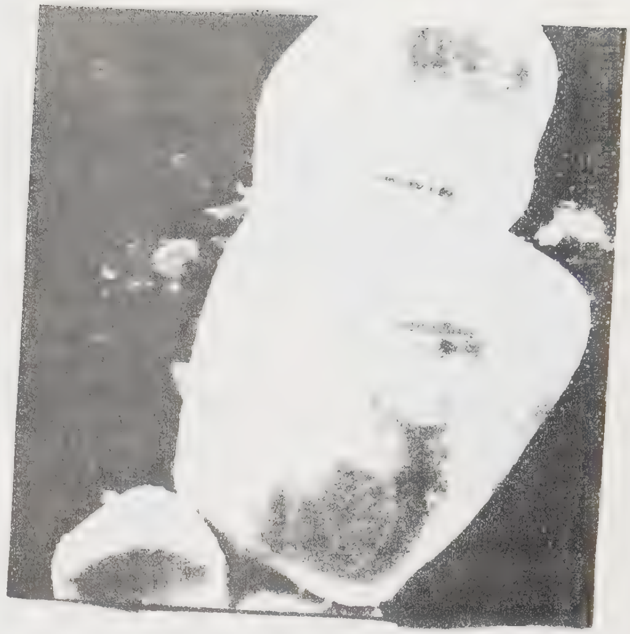


Fig.II.1j

[illegible] CuS(Cu)

[illegible]=2500

Fig.II.1k

ZnS [illegible](Cu)

[illegible] 500

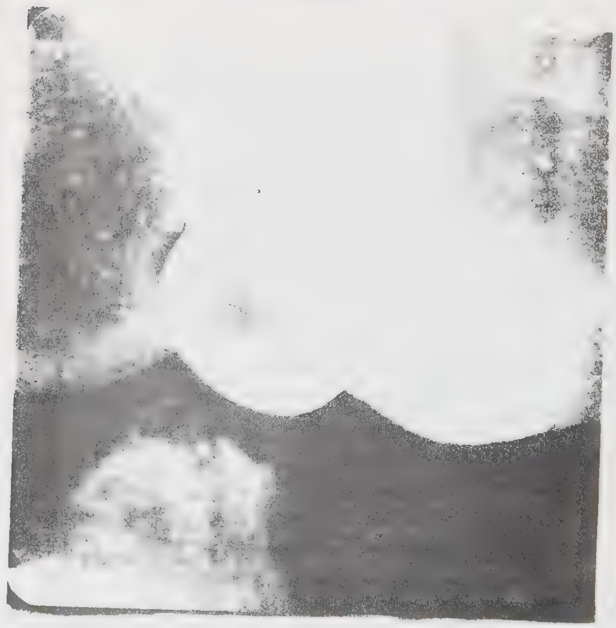


Fig.II.1l

ZnS CdS(Cu)

G=960

Fig.II.Im

Fig.II.In

ZnS CdS(Cu)

G=1400

Fig.II.Io

ZnS(Cu) broyé

G=700

Fig.II.Ip

Répartition spectrale du rayonnement UV excitateur

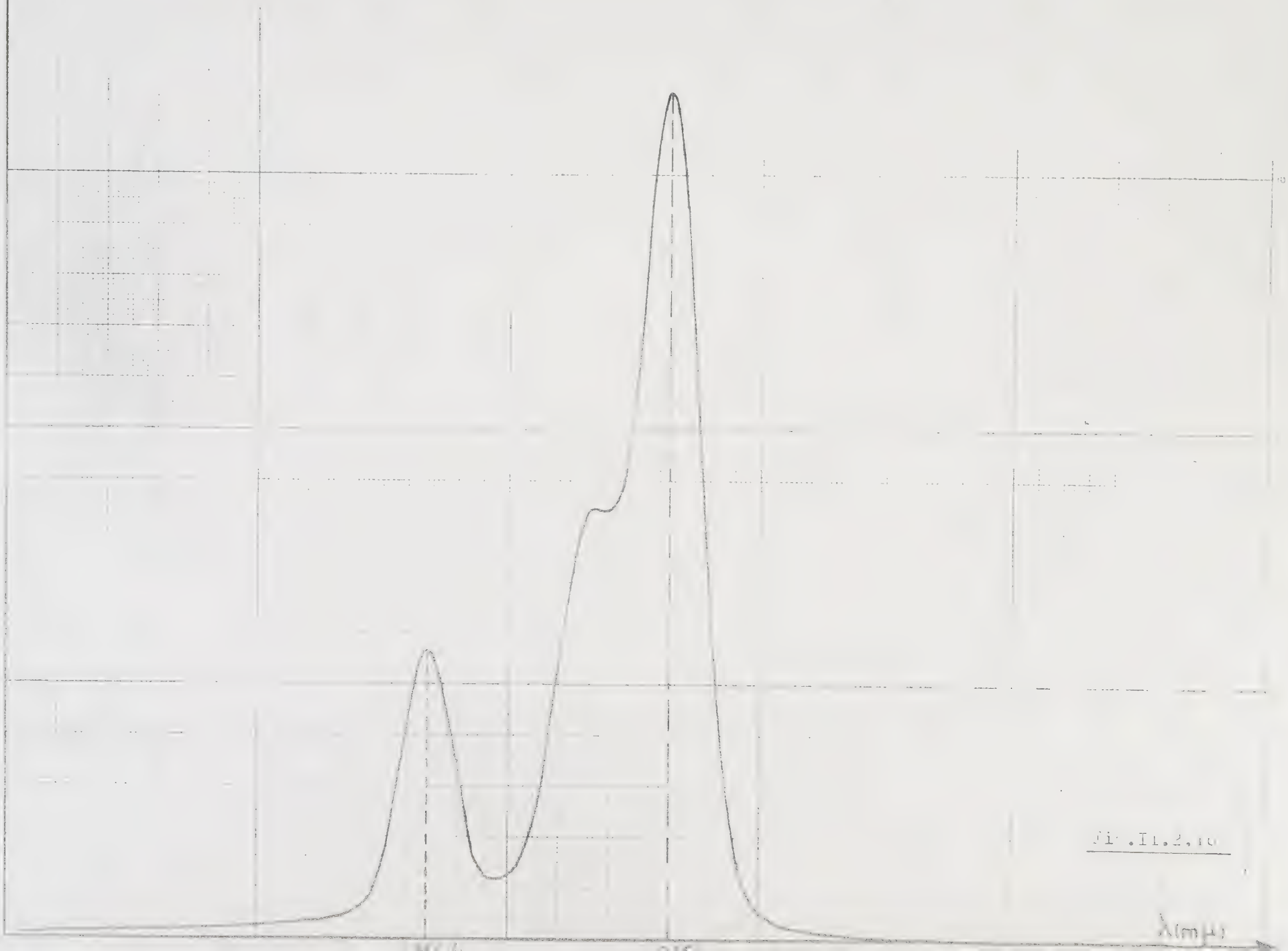


Fig. II.2.10

à lampe excitatrice

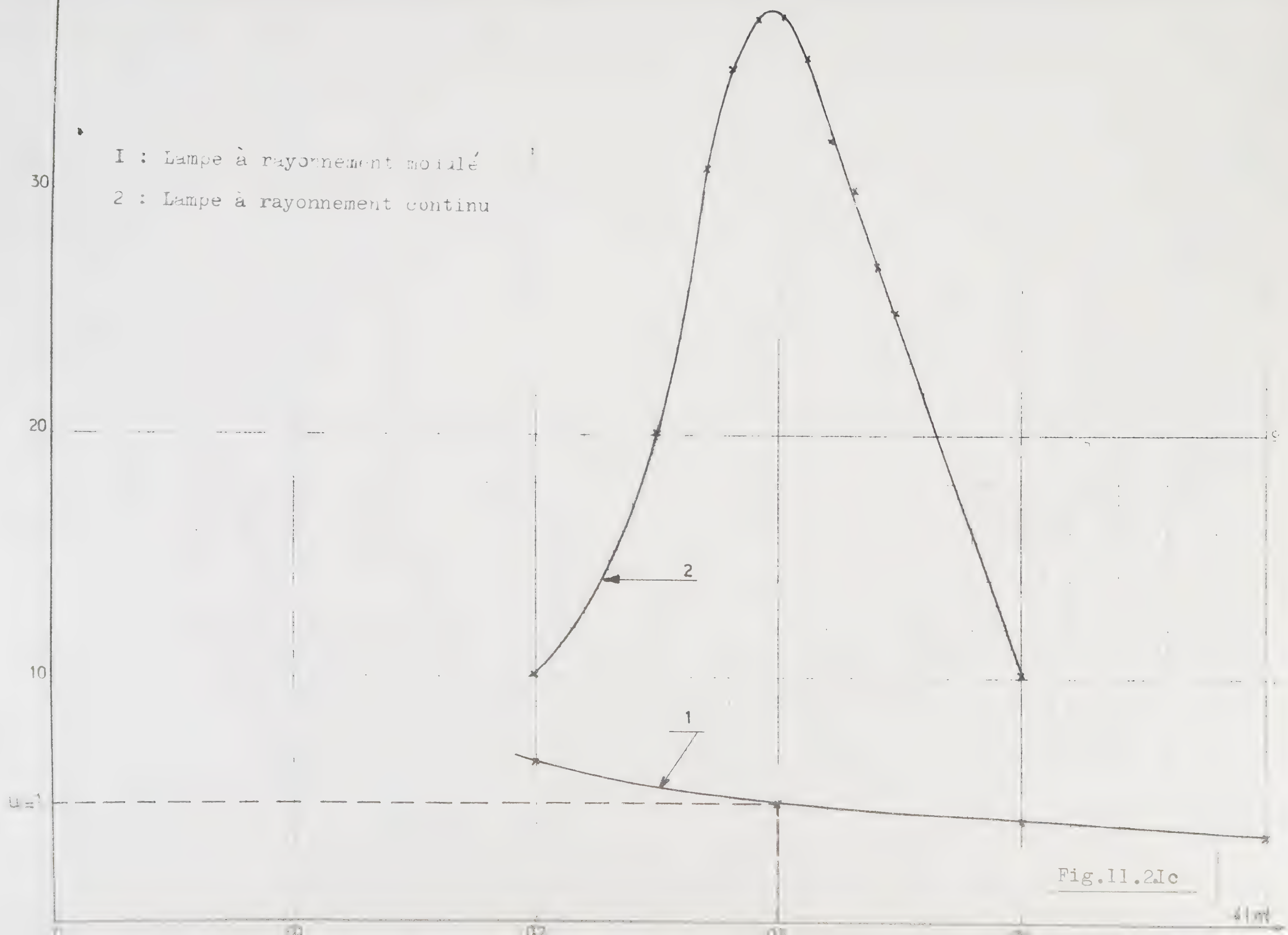


Fig.11.21c

Variation de l'eclairement E.V. sur un diamètre de l'image de la source lumineuse à rayonnement continu dans un plan situe à 30 cm de la lentille de la lampe .

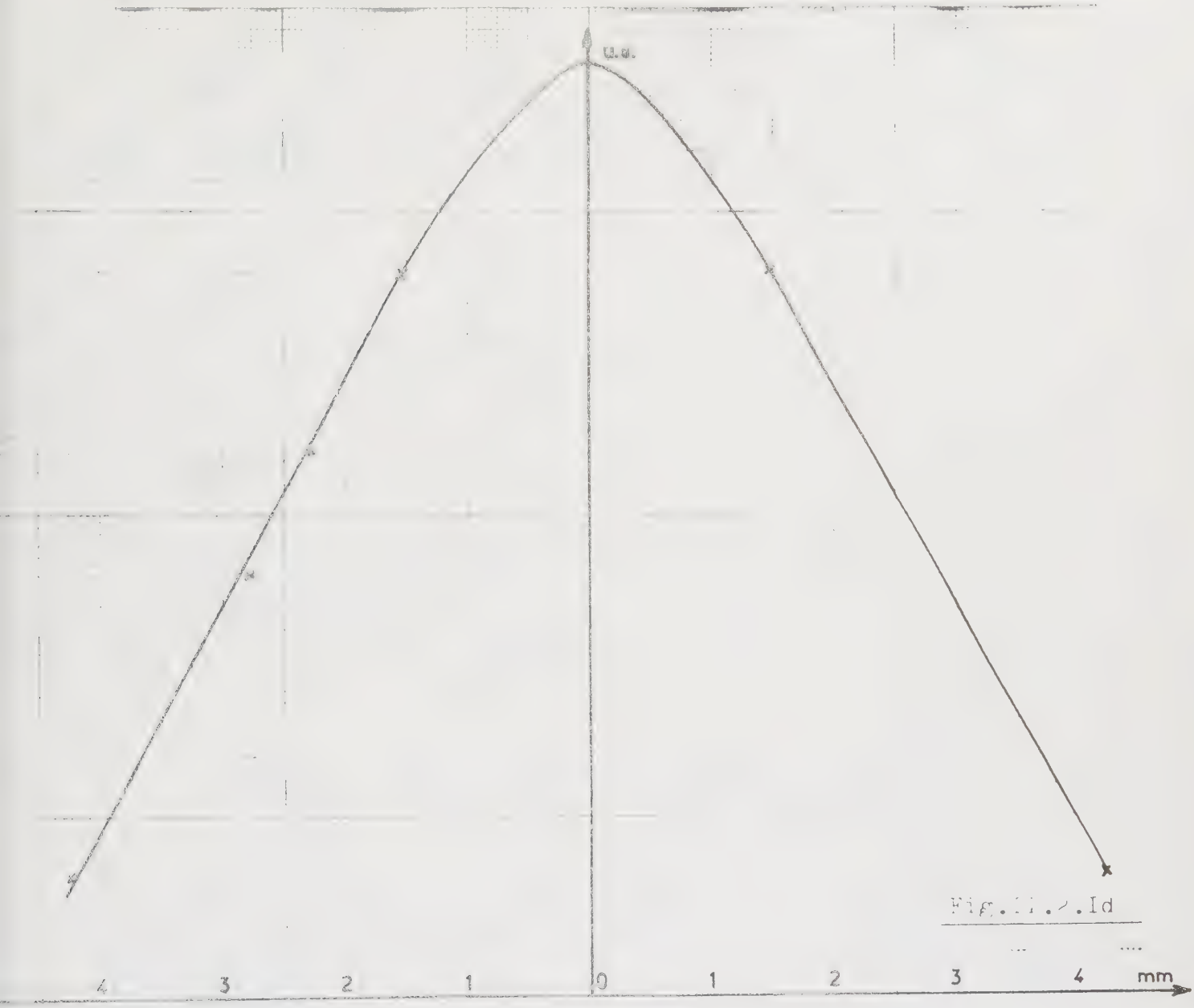


Fig.II.2.Id

Facteur de transmission d'un verre de Wood (épaisseur 3 mm)

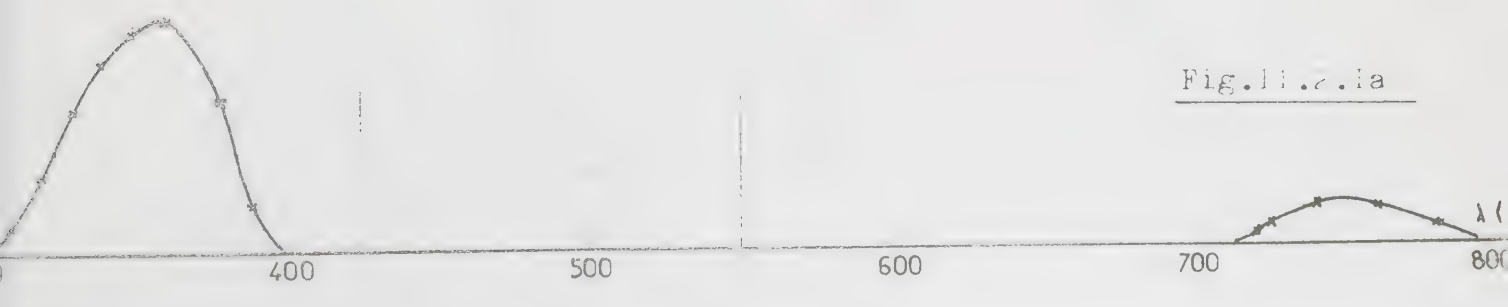
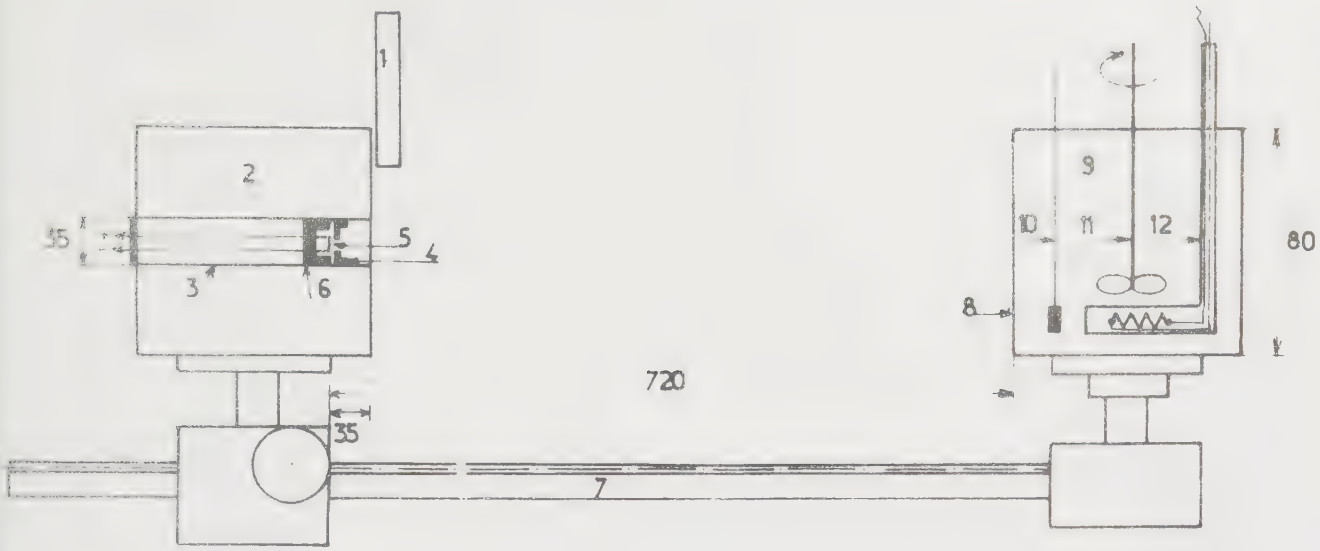


Fig.II.2.Ia

Schéma du montage d'étalonnage au fluxmetre L.V.

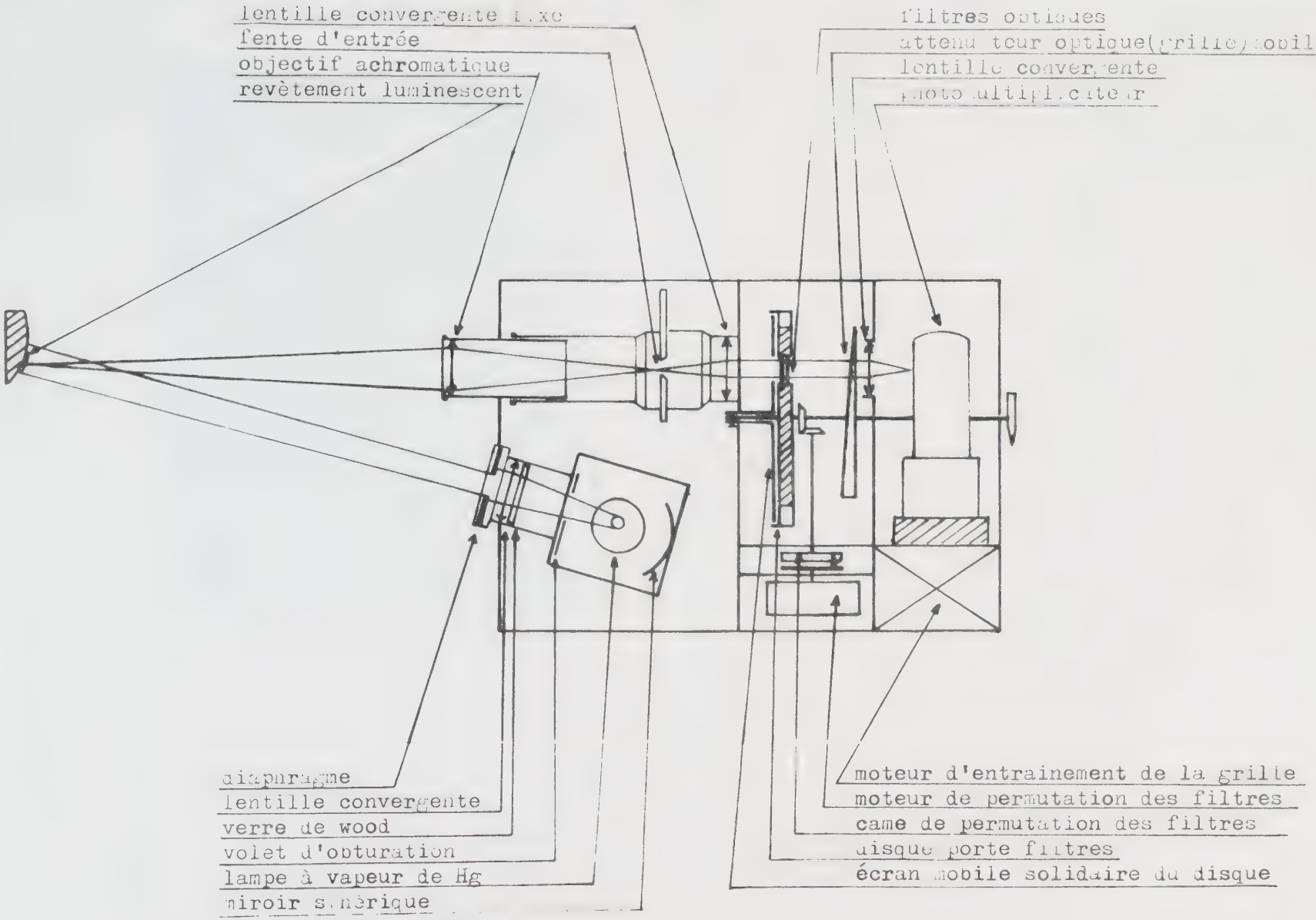


1 = Ecran métallique rempli d'eau
2 = Enceinte en laiton remplie d' eau (t = 20 C)
3 = Tube mince en laiton
4 = Diaphragme noirci (O = 97mm)
5 = Elément thermosensible (thermocouples)
6 Support de l'élément thermo- (sensible)
7 = Crémaillere support
8 = Paroi noircie
9 = Eau chaude(70 t 100 C)
10 = Thermometre régulateur
11 = Agitateur
12 = Elément chauffant

rincipe de mesure du flux ... excitateur ...

13 = Lentille convergente (verre)
14 = Verre de Wood (epaisseur: 3mm.)
15 = Volet mobile
16 = Lampe à arc dans la vapeur de mercure à haute pression
17 = Miroir sphérique
18 = Auvents d'aération (convection naturelle)
19 = Diaphragme reglable

Fig.11. .4a


lentille convergente fixe
fente d'entrée
objectif achromatique
revètement luminescent
filtres optiques
atténuateur optique (grille) mobile
lentille convergente
photomultiplicateur
diaphragme
lentille convergente
verre de wood
volet d'obturation
lampe à vapeur de Hg
miroir sphérique
moteur d'entrainement de la grille
moteur de permutation des filtres
came de permutation des filtres
disque porte filtres
écran mobile solidaire du disque

RÉPONSE D'UN REVÊTEMENT TROP ÉPAIS A UN CHOC THERMIQUE

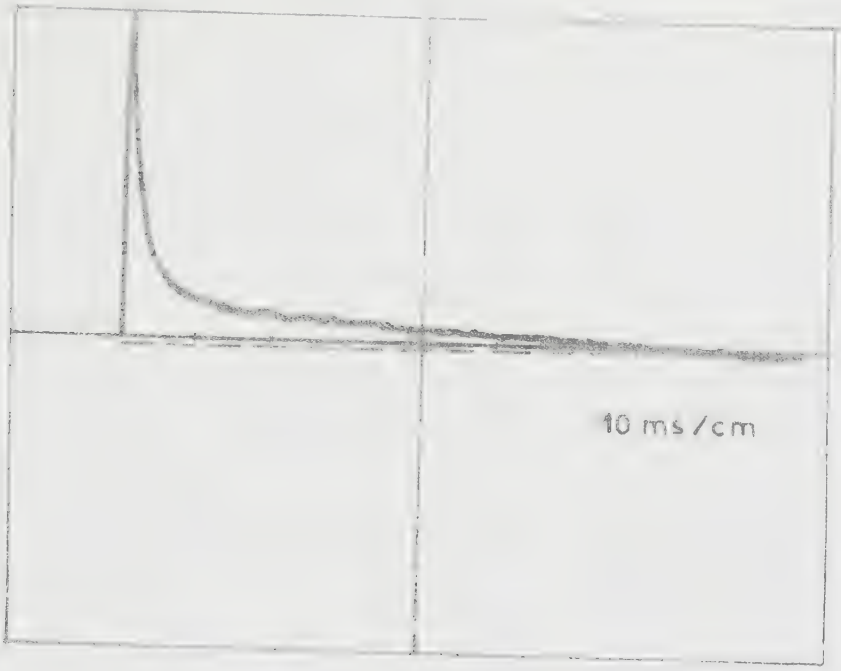


Fig.II.3.22a

RÉPONSES D'UN REVÊTEMENT A DEUX COUCHES POUR LES LENTILLES

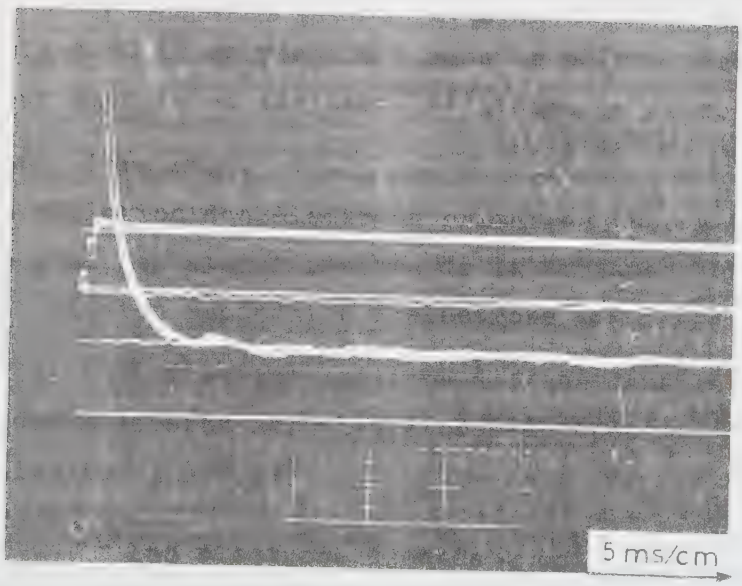


Fig.II.3.22b

VARIATION DU TEMPS DE RELAXATION EN FONCTION DE L'ECLAIREMENT UV (U)

POUR DES CRISTAUX DE ZnS(Cu) DE 25 MICRONS DE DIMENSION MOYENNE

I : λ = 525 mμ, T = 40°C

II : λ = 470 mμ, T = 40°C

III : λ = 525 mμ, T = <40°C

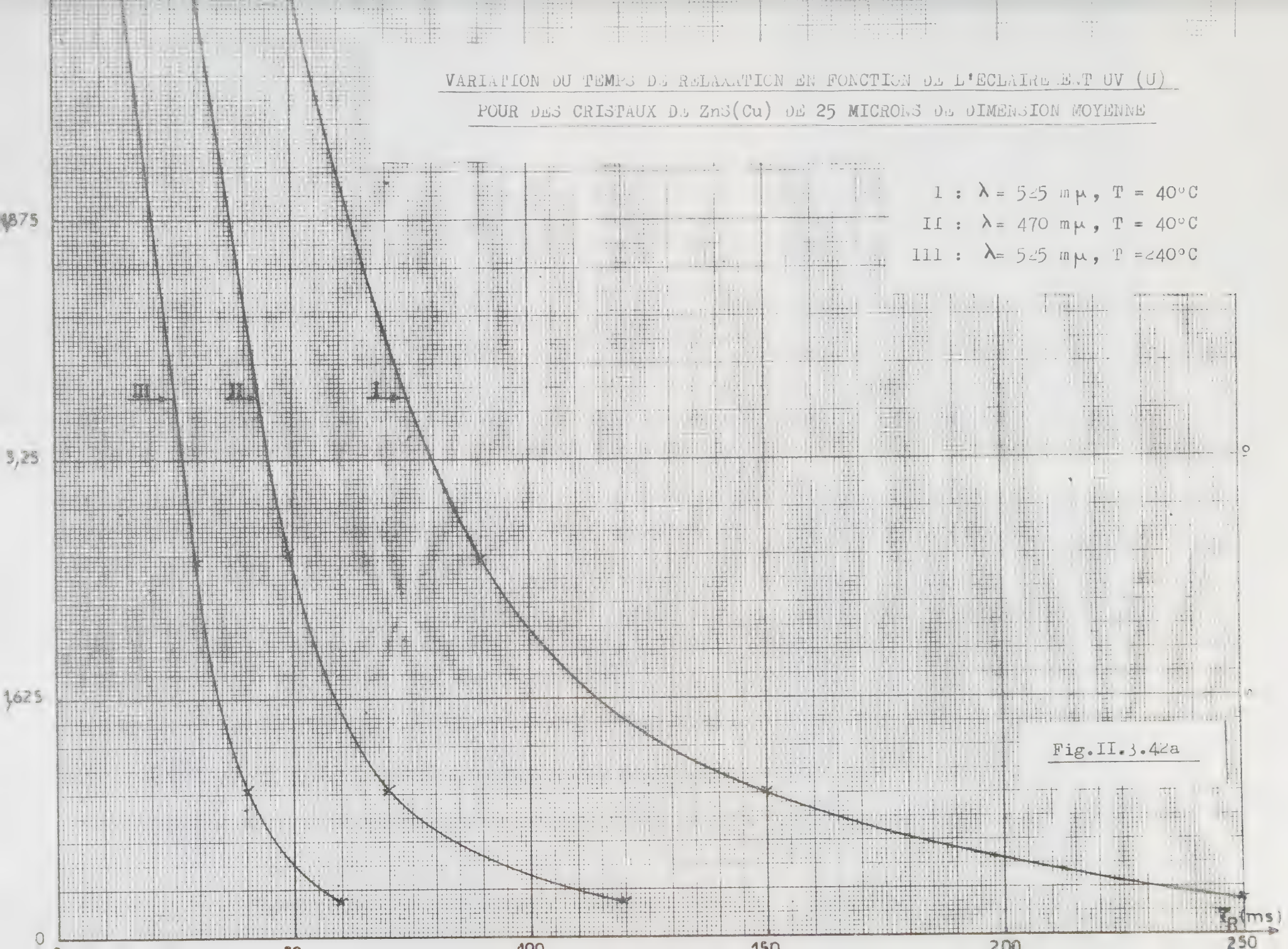


Fig.II.3.42a

ZnS(Cu) A UN CHOC THERMIQUE, SOUS EXCITATION MODULEE A 100 HERTZ ET A TEMPERATURE AMBIANTE

λ = mμ ; U= I

λ = 470mμ ; U= I

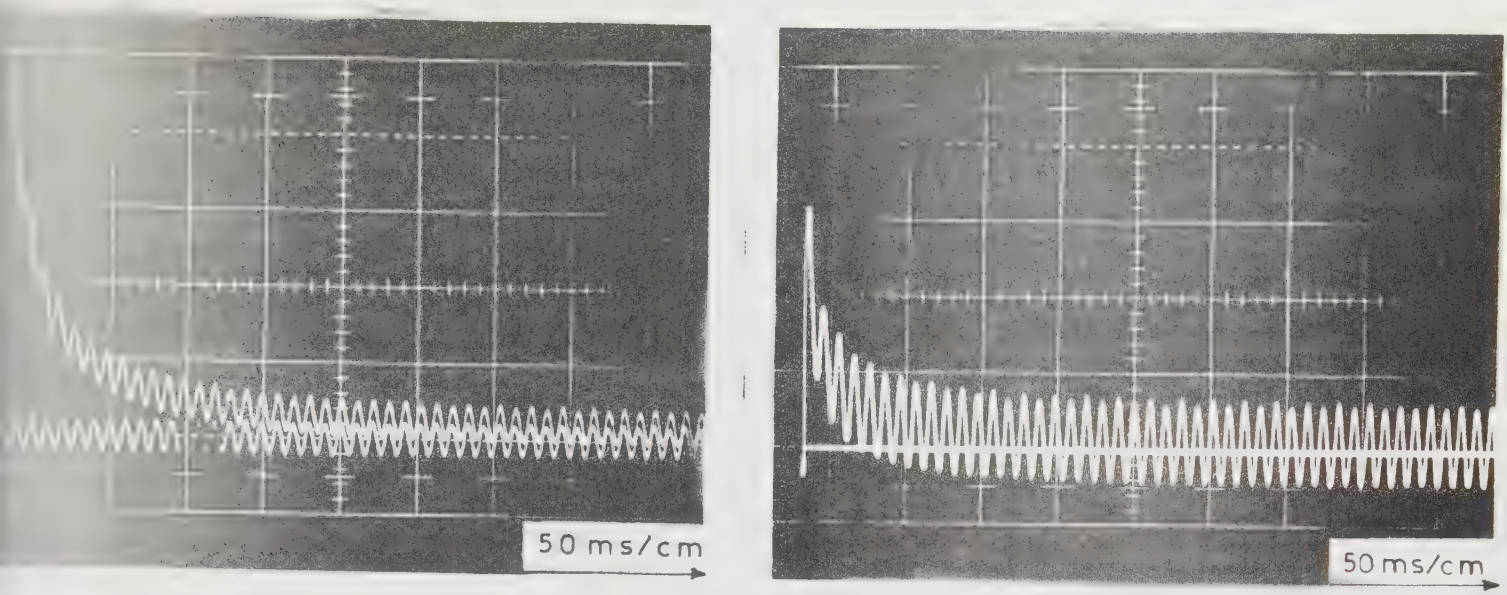


Fig.II.3.42b

SES D'UN ZnS(Cu) A DES CHOCS THERMIQUES EFFECTUES A HAUTE TEMPERATURE

λ=525mμ ; T_f=510°C ; U= {6.5 / I

λ=525mμ ; T_f= 350°C ; U= {0.5 / 0.2 / 0.1

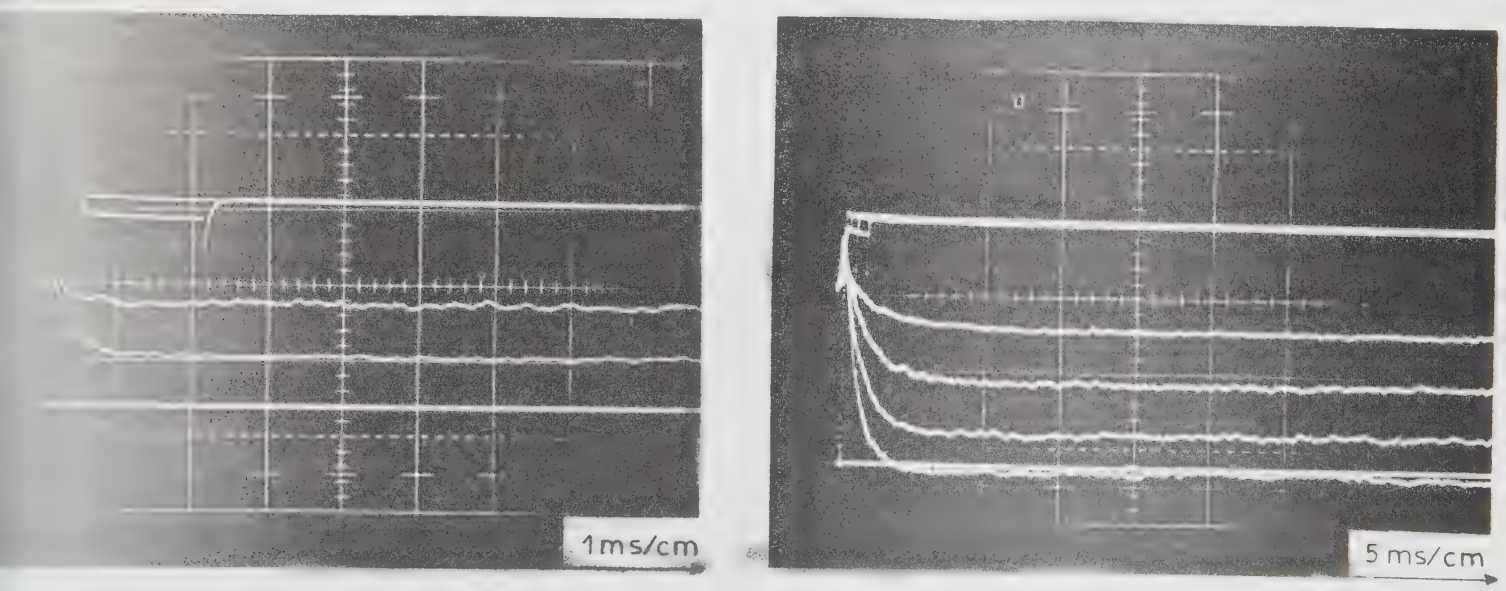


Fig.II.3.43b

Fig.II.3.43c

Variation du temps de relaxation d'un revetement monogranulaire (e ≃ 25 μ)
de ZnS(Cu) en fonction de la temperature finale du choc thermique. $U = 6,5$

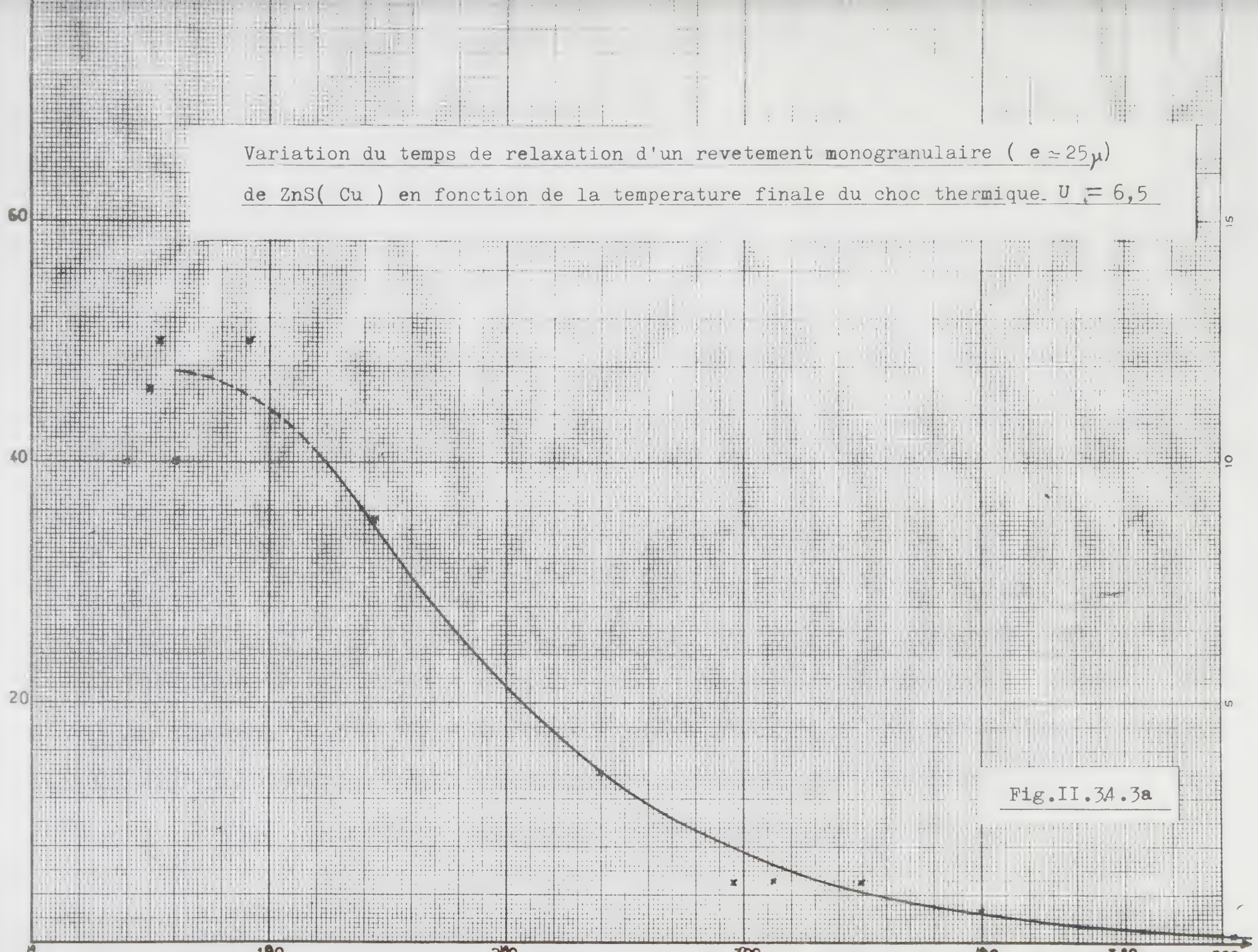


Fig.II.34.3a

DETERMINATION D'UNE TEMPERATURE PAR LA METHODE DE COULEUR

U = Eclairement UV

T_o = Température de référence

$C_m(T)$ = Parametre de couleur mesuré à la température T

$\Gamma(U,B)$ = Courbe du réseau d'étalonnage relative à l'eclairement U

$C_E(\Gamma,T) = C_m(T) * C_E(\Gamma,T_o) / C_m(T_o)$

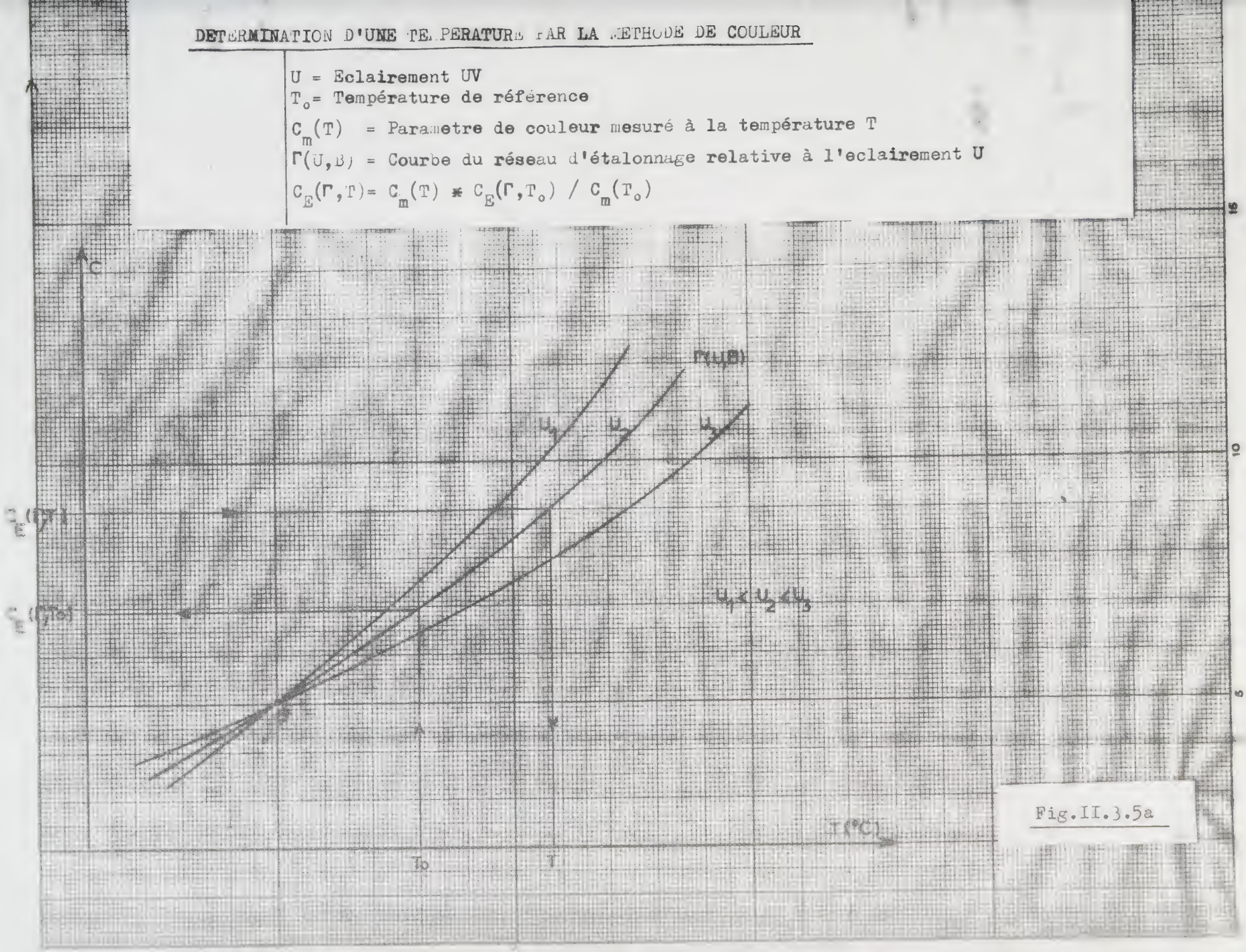
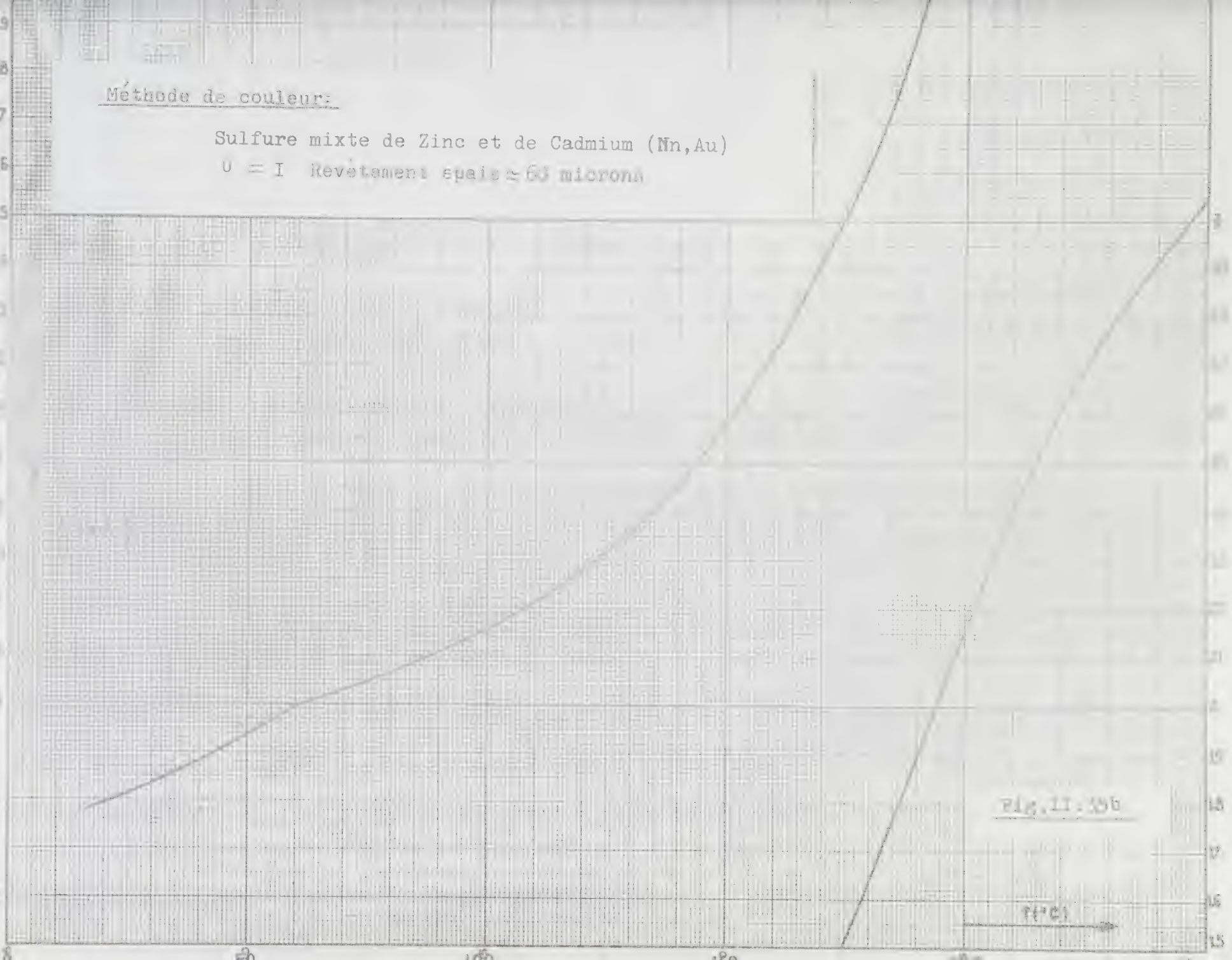
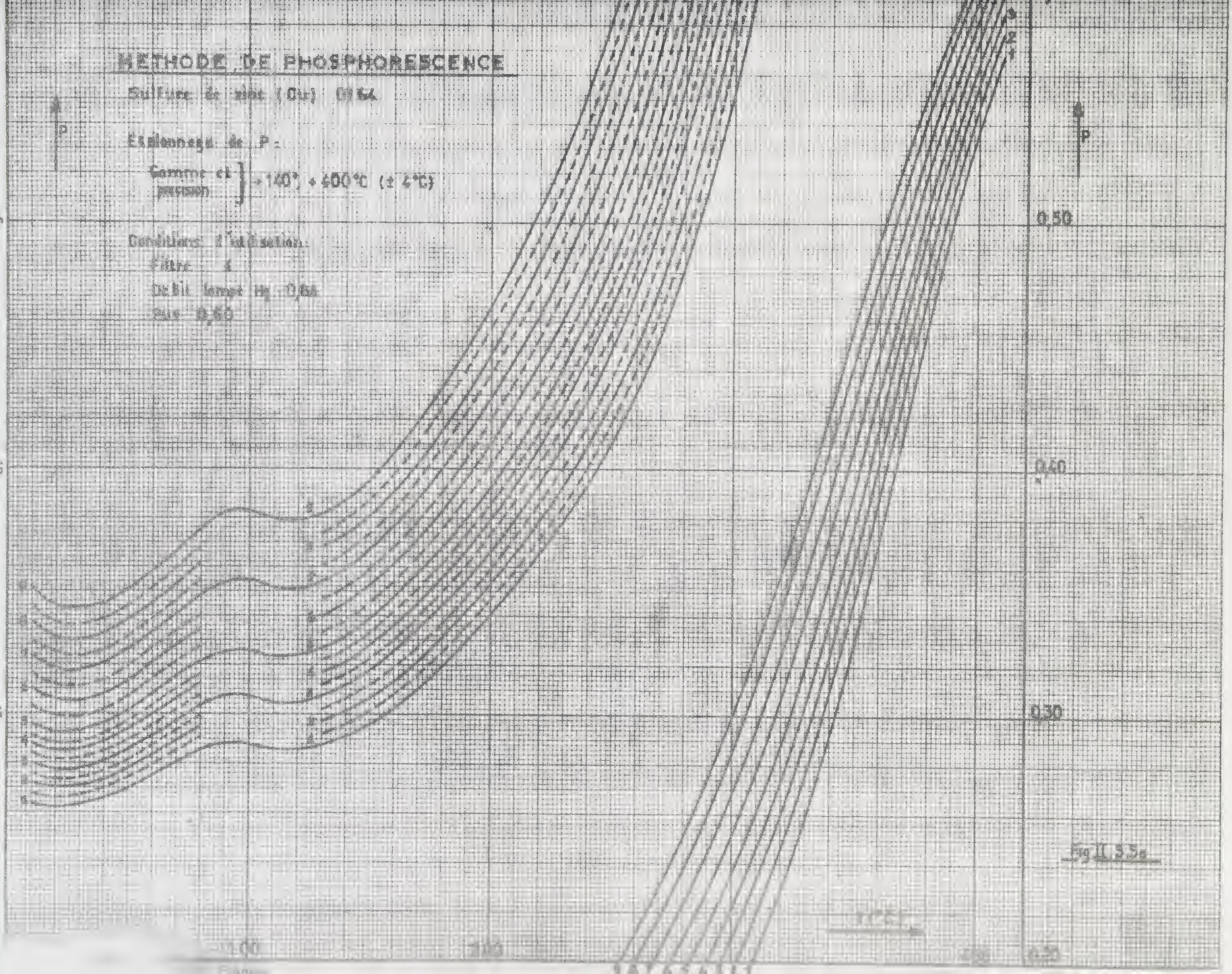


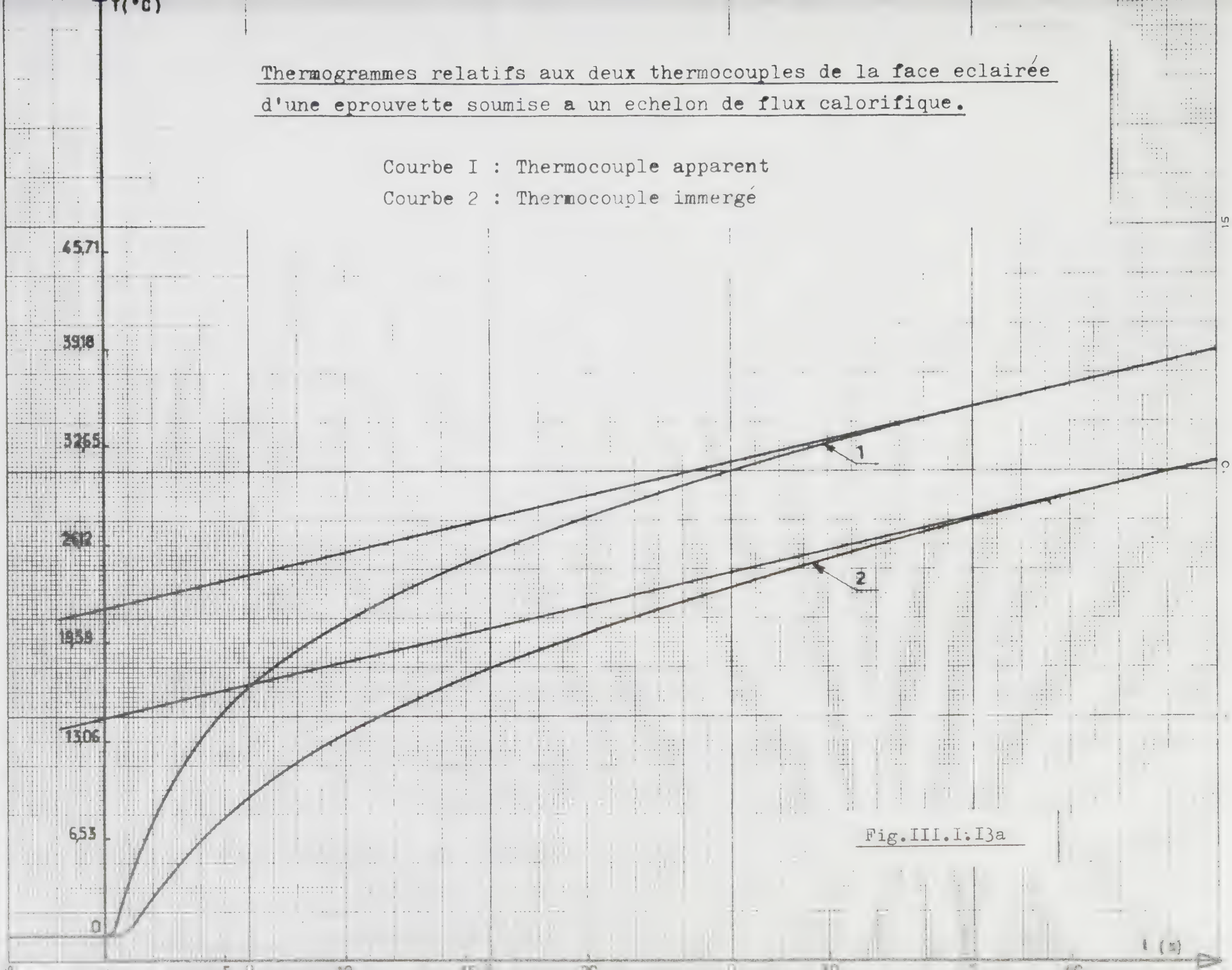
Fig.II.3.5a


Méthode de couleur:
Sulfure mixte de Zinc et de Cadmium (Mn,Au)
U = I Revêtement epais ≃ 60 microns
Fig. II.15b
T(°C)



METHODE DE PHOSPHORESCENCE
Sulfure de zinc (Cu) 0164
Etalonnage de P :
Gamme et précision } -140°, +400°C (± 4°C)
Conditions d'utilisation :
Filtre 4
Débit lampe Hg 0,64
Pas 0,60
P
0,15
0,10
0,05
0,50
0,40
0,30
100

Fig II.3.5a



Thermogrammes relatifs aux deux thermocouples de la face eclairée d'une eprouvette soumise a un echelon de flux calorifique.

Courbe I : Thermocouple apparent

Courbe 2 : Thermocouple immergé

Fig.III.I.13a

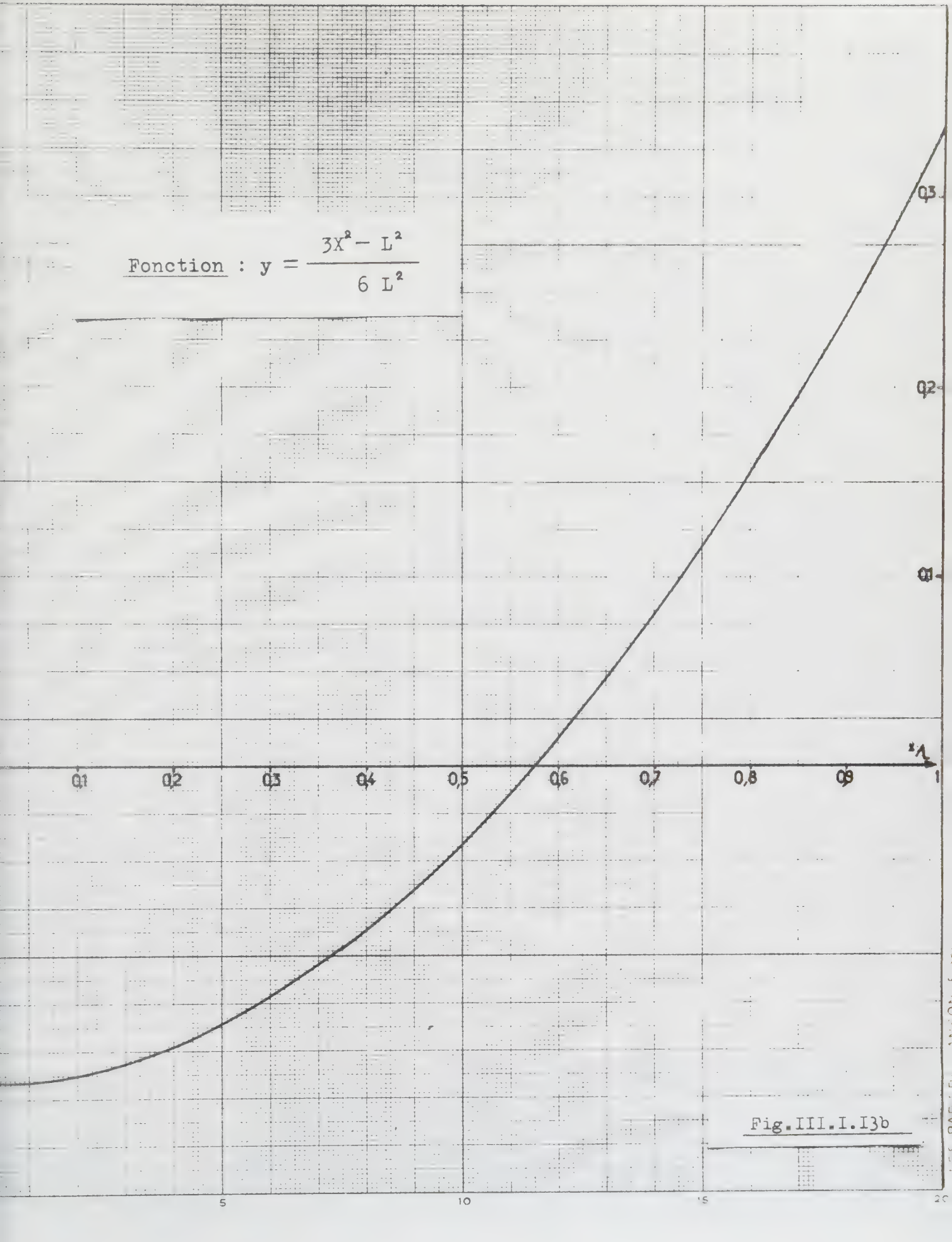

Fonction : $y = \frac{3X^2 - L^2}{6\,L^2}$
0,3
0,2
0,1
X/L
0,1
0,2
0,3
0,4
0,5
0,6
0,7
0,8
0,9
1
5
10
15

Fig.III.I.I3b

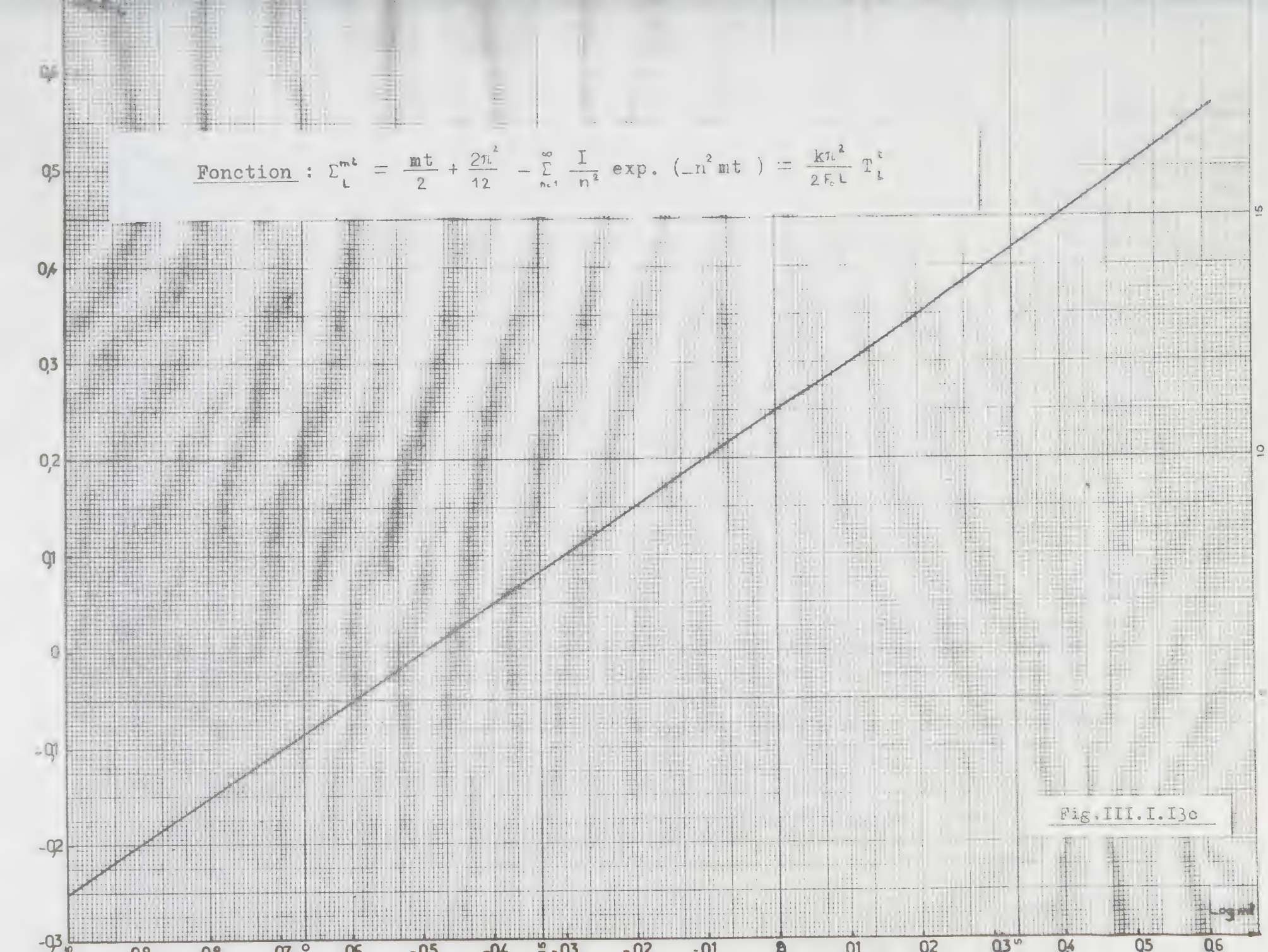
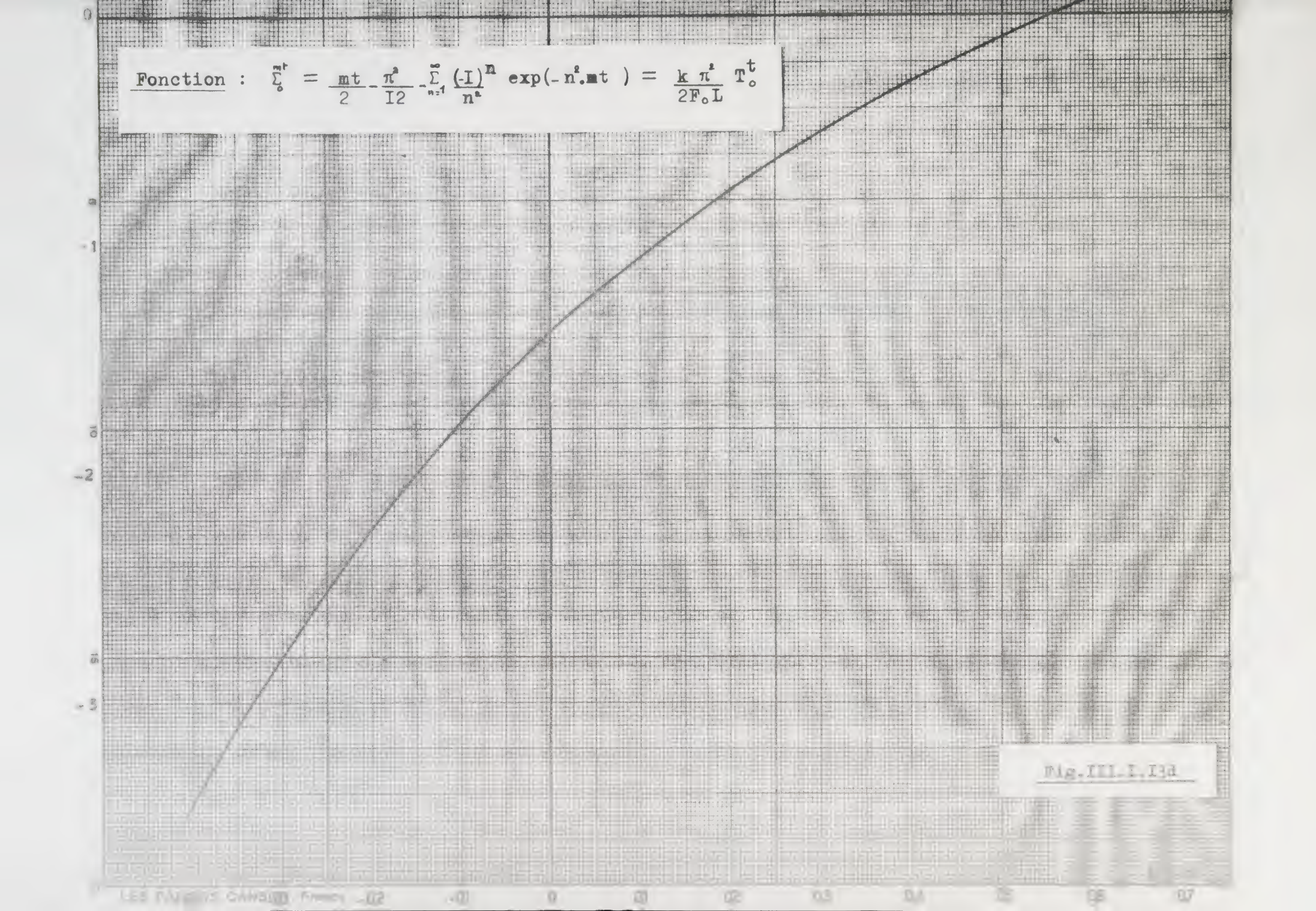

Fonction : $\Sigma_L^{mt} = \frac{mt}{2} + \frac{2\pi^2}{12} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{I}{n^2} \exp.(-n^2 mt) = \frac{k\pi^2}{2F_0 L} T_L^t$
0,5
0,4
0,3
0,2
0,1
0
-0,1
-0,2
-0,3
15
10
Log mt

Fig. III. I. I3c


Fonction : $\bar{\Sigma}_o^t = \frac{mt}{2} - \frac{\pi^2}{12} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp(-n^2.mt) = \frac{k\,\pi^2}{2F_oL}\,T_o^t$
0
-1
-2
-3
Fig.III.I.13d

Méthode du flux periodique imposé — Montage de l'eprouvette.
(Ech. I)

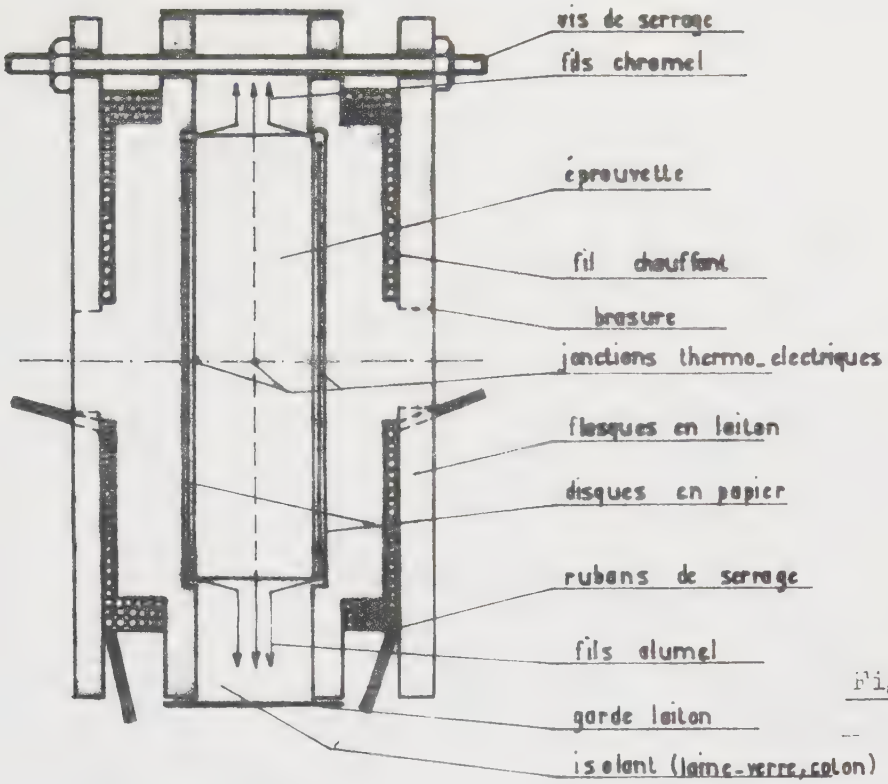
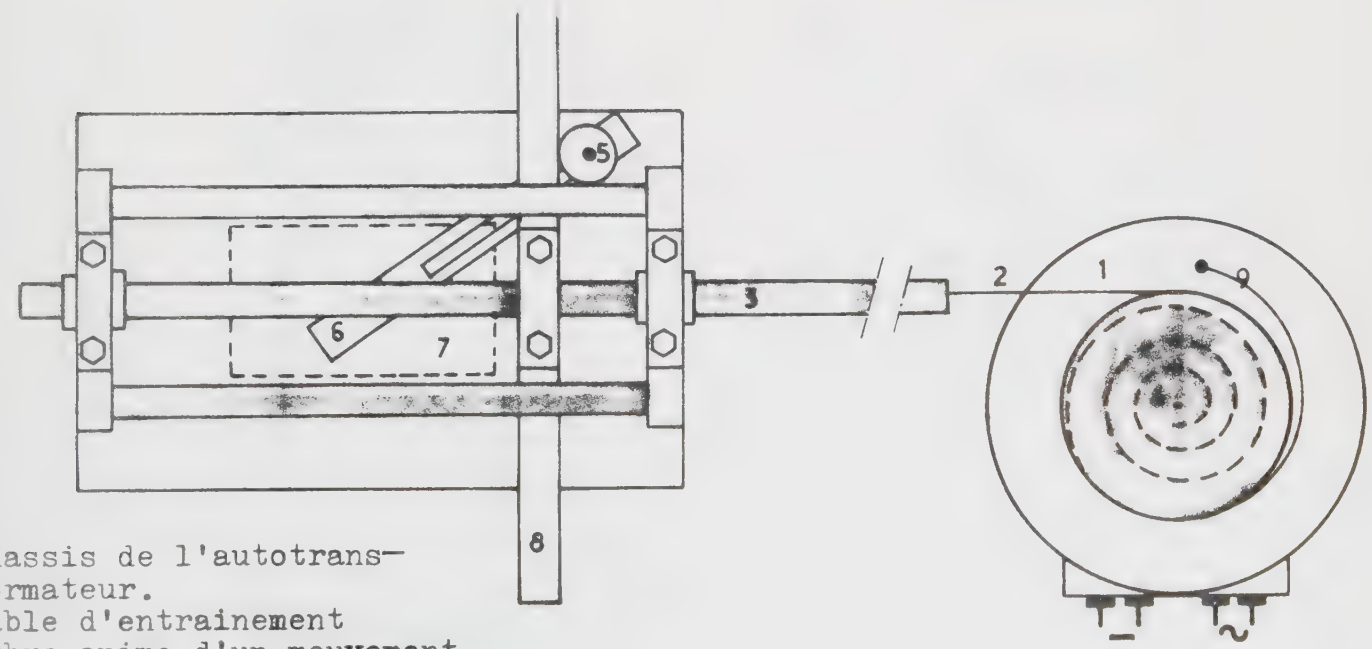


Fig.III.I.22a

Schèma d'un dispositif permettant de moduler sinusoidalement une tension electrique



Chassis de l'autotransformateur.
Cable d'entrainement
Arbre anime d'un mouvement rectiligne sinusoidal
Poulie montée sur l'axe du curseur du transformateur
Galet
Arbre animé d'un mouvement circulaire uniforme
Moteur electrique

Fig.III.I.22b

iscosité de la résine silicone rhodorsil 6352 en fonction de la température

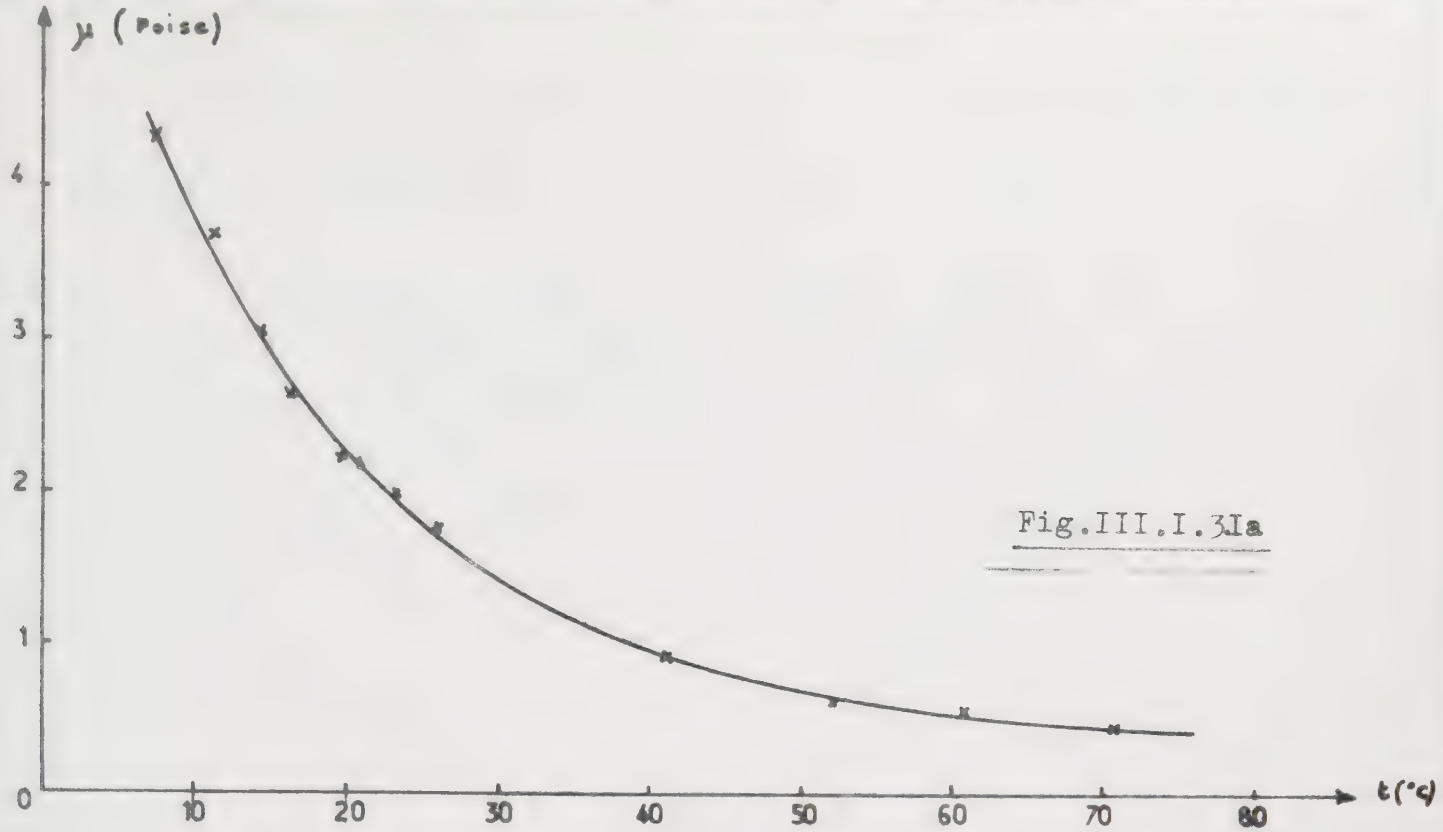
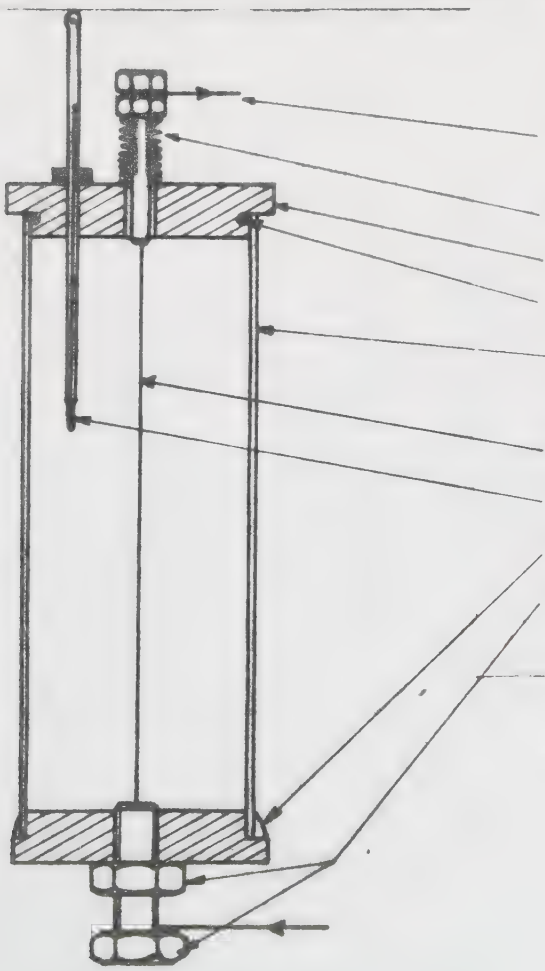


Fig.III.I.31a

Mesure de la diffusivité du rhodorsil – Méthode du fil chauffant



Fils de jonction avec le pont de Wheastone
Ressort
Couvercle amovible
Joint torique
Cylindre(acier inoxydable)
Résine rhodorsil
Fil cuivre ϕ = 2/10 mm.
Thermometre
Etanchéite araldite
Ecrous

Fig.III.I.33a

Thermogramme relatif à un fil metallique plongé dans une résine silicone " Rhodorsil " et soumis à t = 0 , à un echelon de courant.

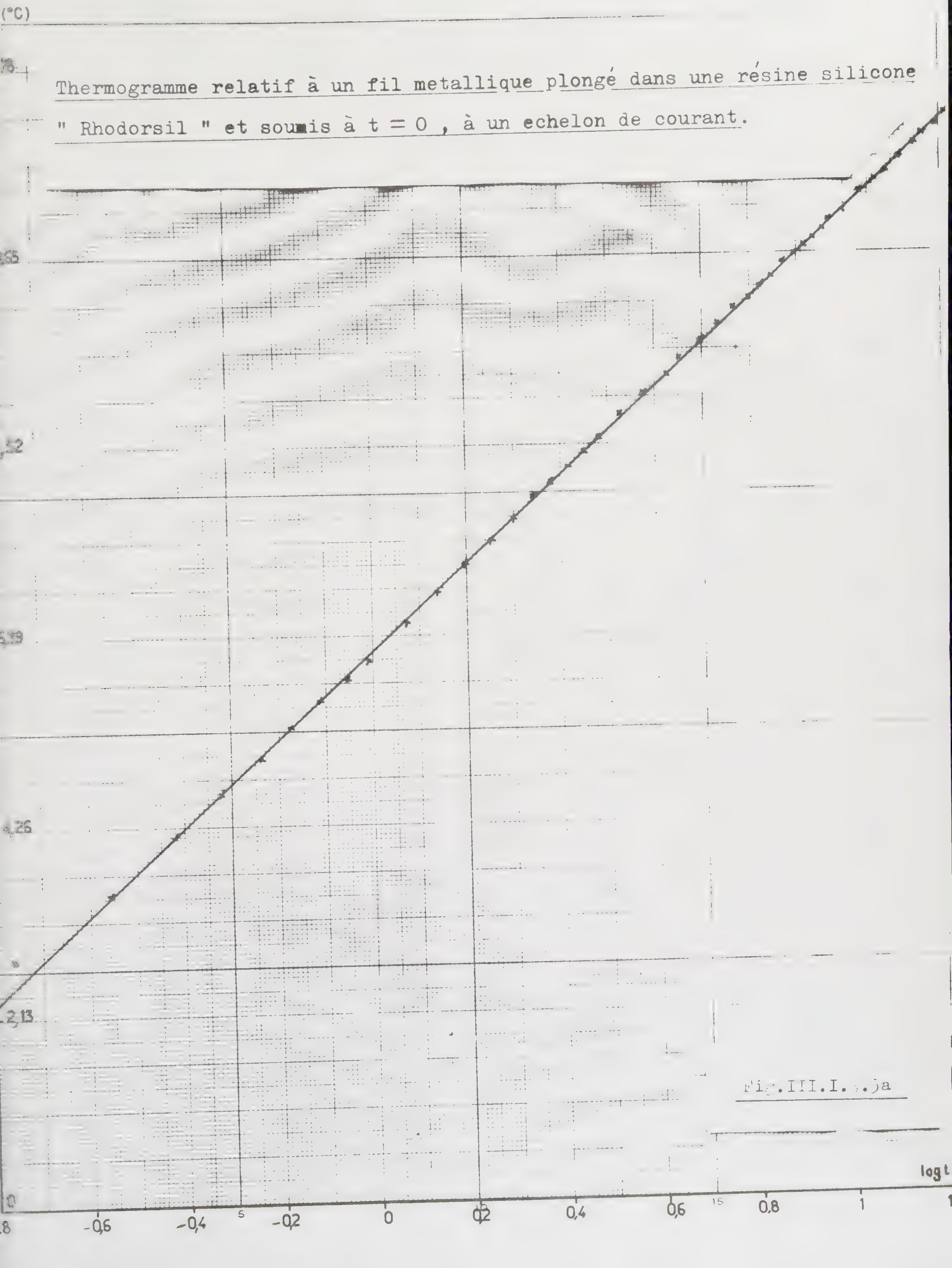
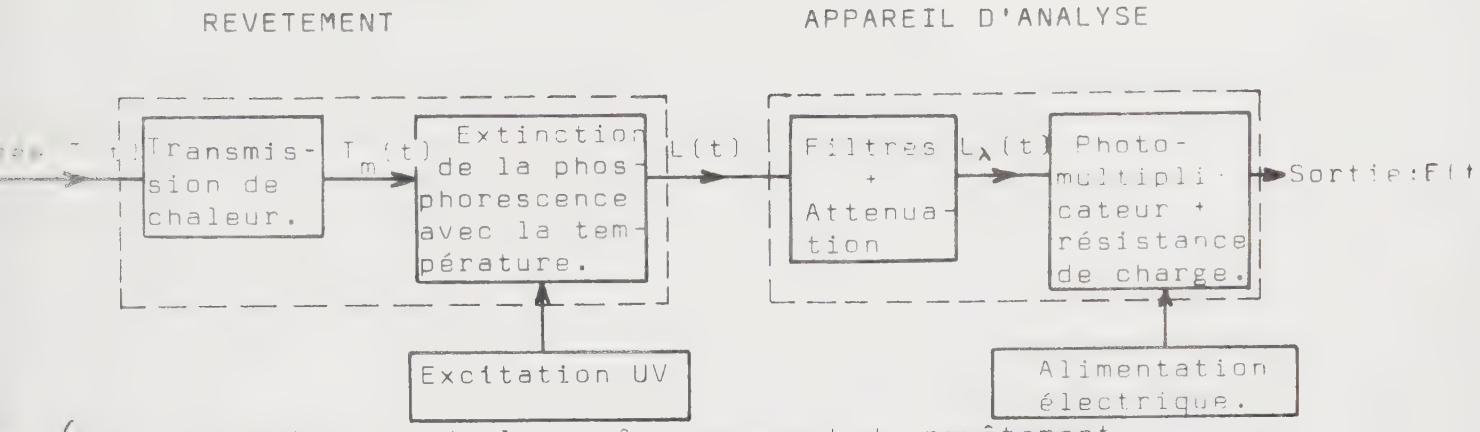


Fig.III.I..3a

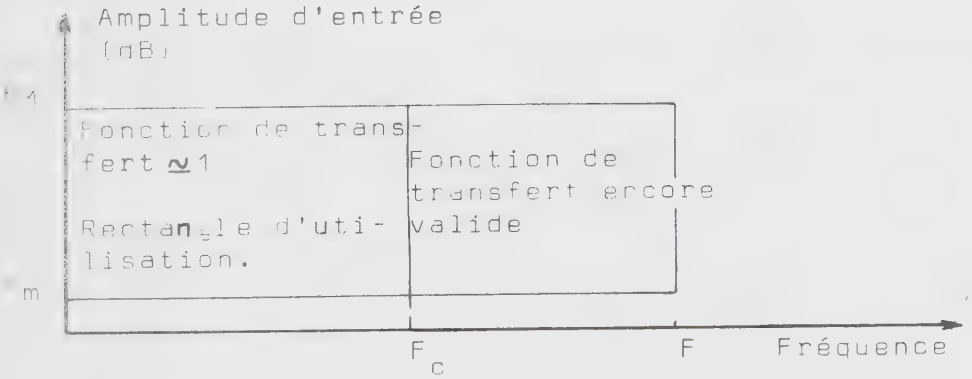
DIAGRAMME FONCTIONNEL DE L'APPAREILLAGE DE MESURE DES TEMPERATURES DE SURFACE AVEC DES REVETEMENTS PHOSPHORESCENTS



- $T_r(t)$ = température de la surface support du revêtement.
- $T_m(t)$ = température moyenne du revêtement.
- $L_\lambda(t)$ = luminance monochromatique du revêtement.
- $U(t)$ = tension aux bornes de la résistance de charge du photomultiplicateur.

Figure III.2.a

DEFINITION DU DOMAINE D'UTILISATION D'UN SYSTEME LINEAIRE

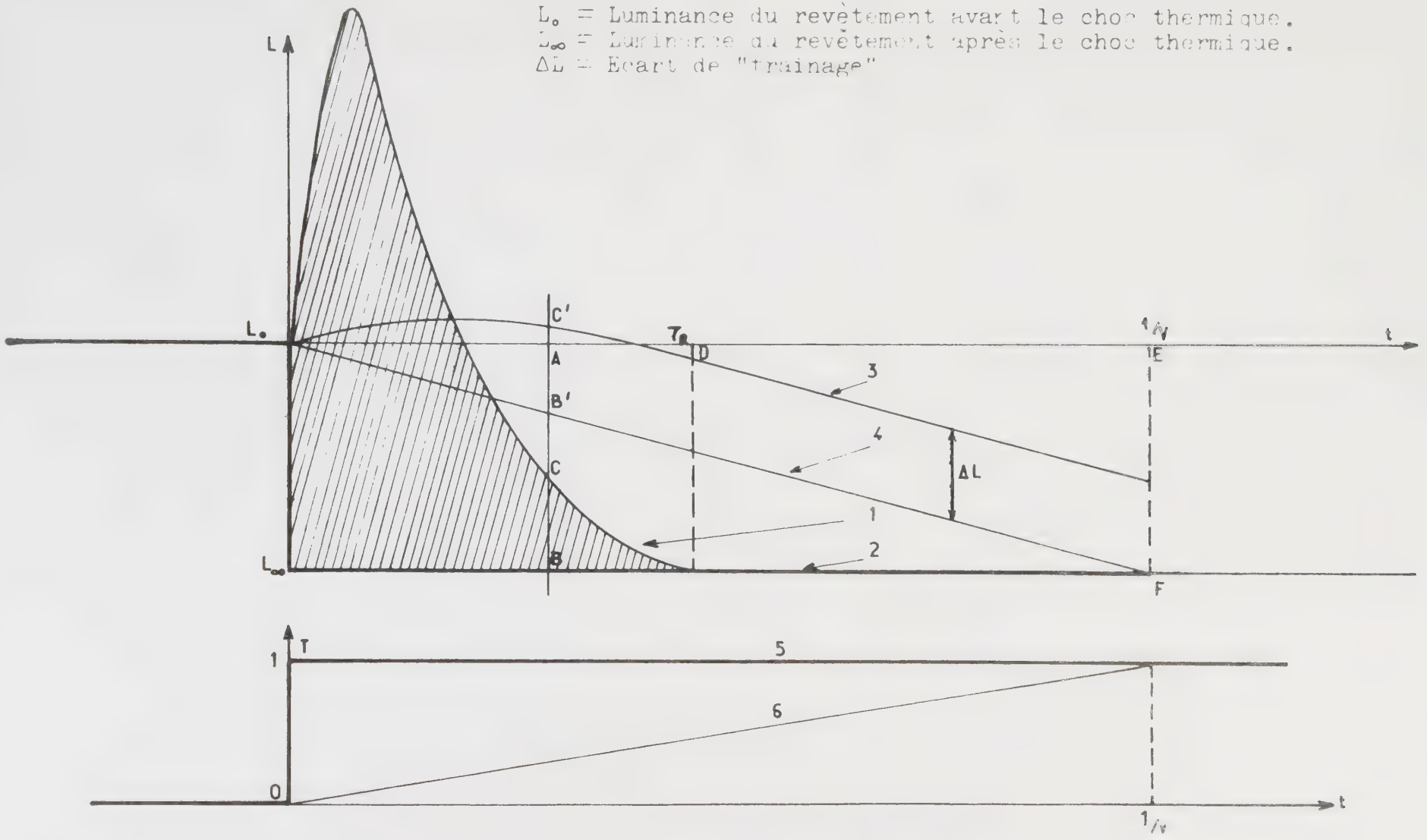


- e_M = amplitude de saturation.
- e_m = amplitude du seuil de sensibilité.
- F_m = limite supérieure du domaine de linéarité.
- F_c = Fréquence de coupure du système linéaire(assimilé à un filtre passe-bas)
- = limite supérieure du domaine d'utilisation.

Figure III.2.b

Détermination de la vitesse de chauffe critique:

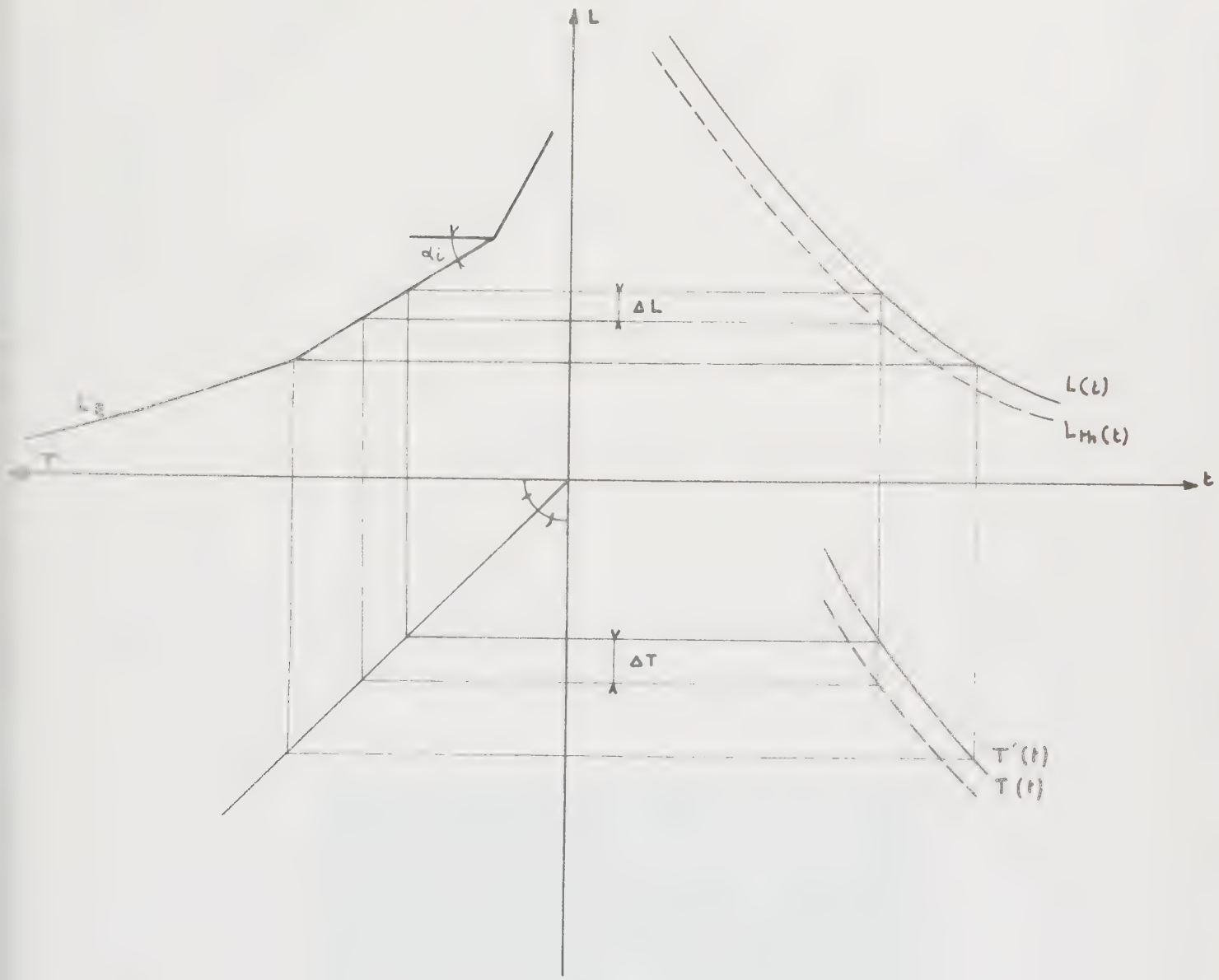
L_o = Luminance du revêtement avant le choc thermique.
L_∞ = Luminance du revêtement après le choc thermique.
ΔL = Ecart de "trainage"



Courbe 1 : Réponse du capteur réel à un echelon de temperature unité
Courbe 2 : " " " idéal " " " "
Courbe 3 : Integrale de la réponse du capteur réel dans l'intervalle de temps 0,I/v
Courbe 4 : " " " " idéal " " "
Courbe 5 : Echelon de temperature unité
Courbe 6 : Rampe de vitesse de chauffe = v

Fig.III.2.3:

Determination d'une evolution de temperature à partir de la luminance et de la courbe d'etalonnage d'un revetement.



$L_{Th}(t)$ = Luminance du revetement
$T'(t)$ = Evolution de la temperature du revètement obtenue à partir de L(t)
$T(t)$ = Evolution réelle de la température du revètement
$L_{Th}(t)$ = Luminance d'un revètement à temps de relaxation nul correspondant à l'evolution T() de sa temperature moyenne
ΔL = Ecart de trainage
ΔT = Erreur instantannée commise sur la mesure de T(t)
α_i = Pente de la courbe d'étalonnage dans le domaine de linearité $i = \frac{\Delta L}{\Delta T}$
L_s = Courbe d'étalonnage du régime stationnaire

Fig. II.2.4b

...IERE LIBEREE PENDANT UN CHOC THERMIQUE

$$\phi_L = \int_t^{t+\tau_R} (L_t - L_\infty)\, dt$$

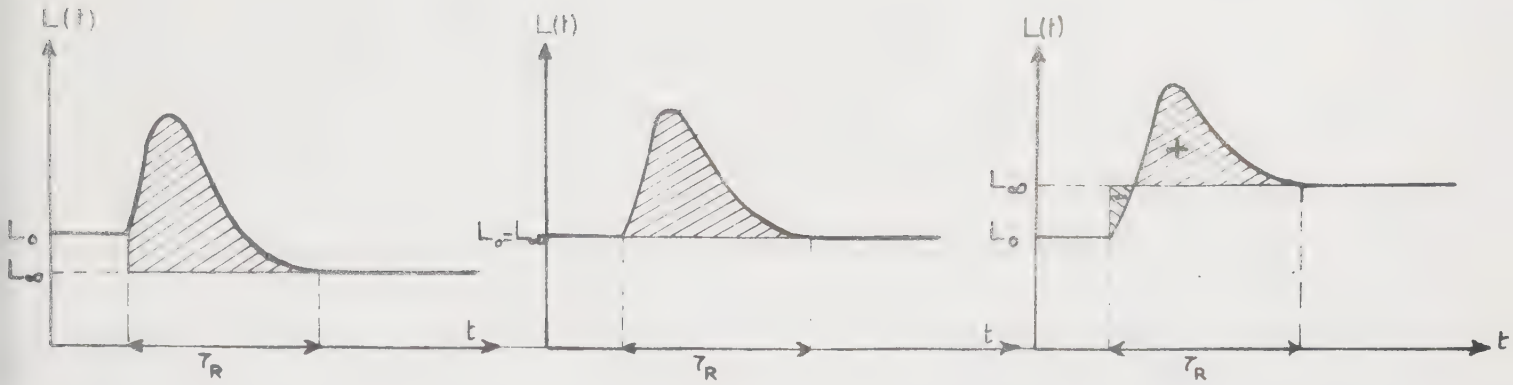


Fig.III.2.4Ia

RÉPONSES D'UN REVETEMENT MONOGRANULAIRE DE ZnS(Ag) A DEUX CHOCS THERMIQUES DE ME E AMPLITUDE MAIS DE DUREES DIFFERENTES

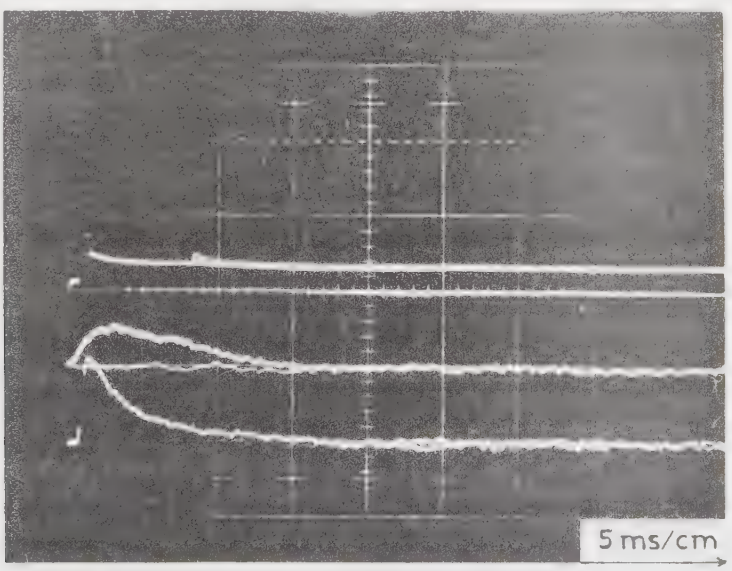
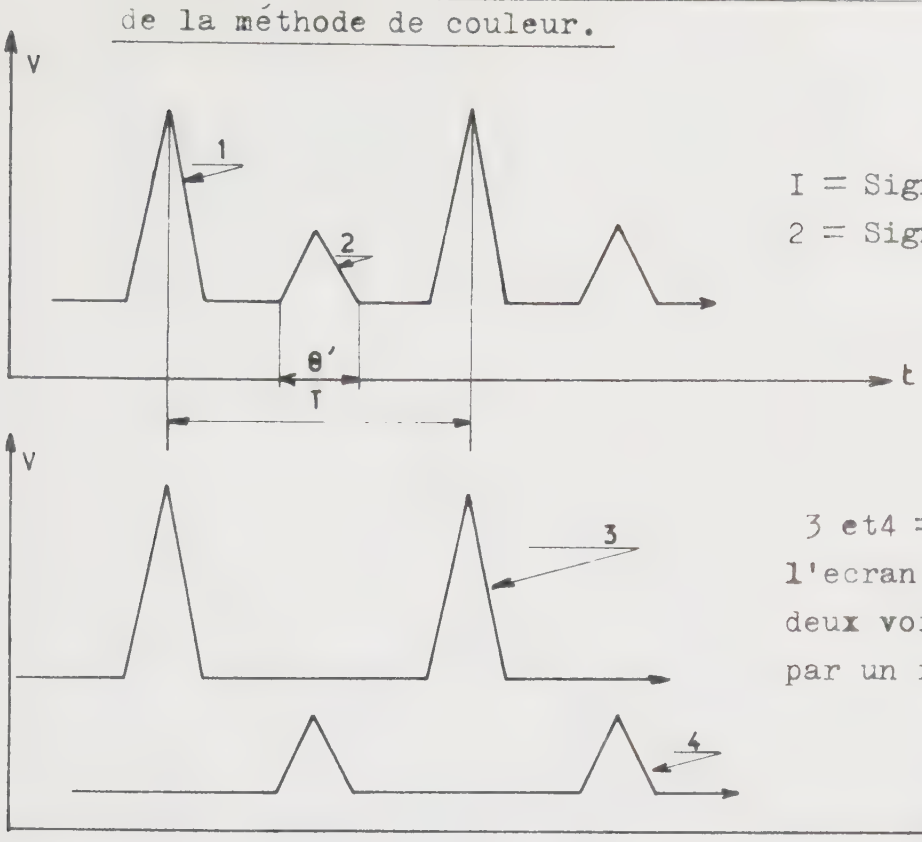


Fig.III.2.4Ib

Forme du signal obtenu lors de la permutation rapide des filtres de la méthode de couleur.

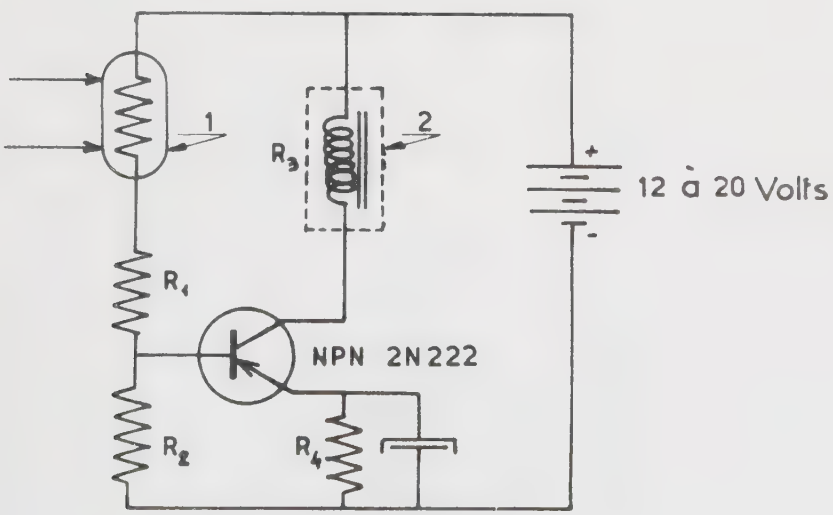


I = Signal du canal "vert"
2 = Signal du canal "orange"

3 et4 = Signaux observés sur l'ecran d'un oscilloscope à deux voies après séparation par un relais synchronisé.

Fig.III.3.2a

Schéma de commande du relais bistable



R = 6500Ω
R = 1300Ω
R = 360Ω
R = 50Ω
I = Cellule photoresistante type ORP 63
2 = Relais miniature polarise bistable TRANSCO type SZC 7I22

Fig.III.3.2b

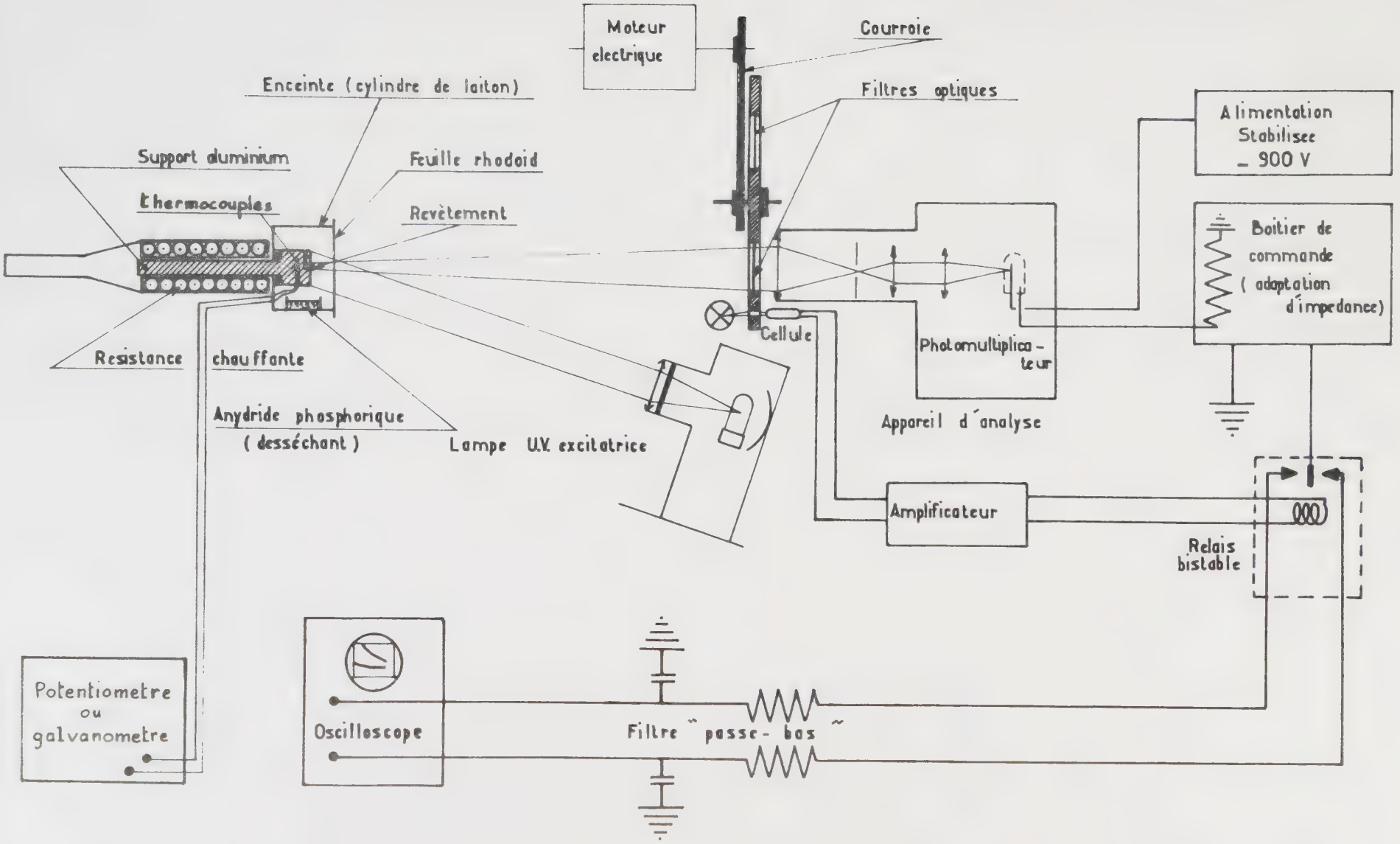
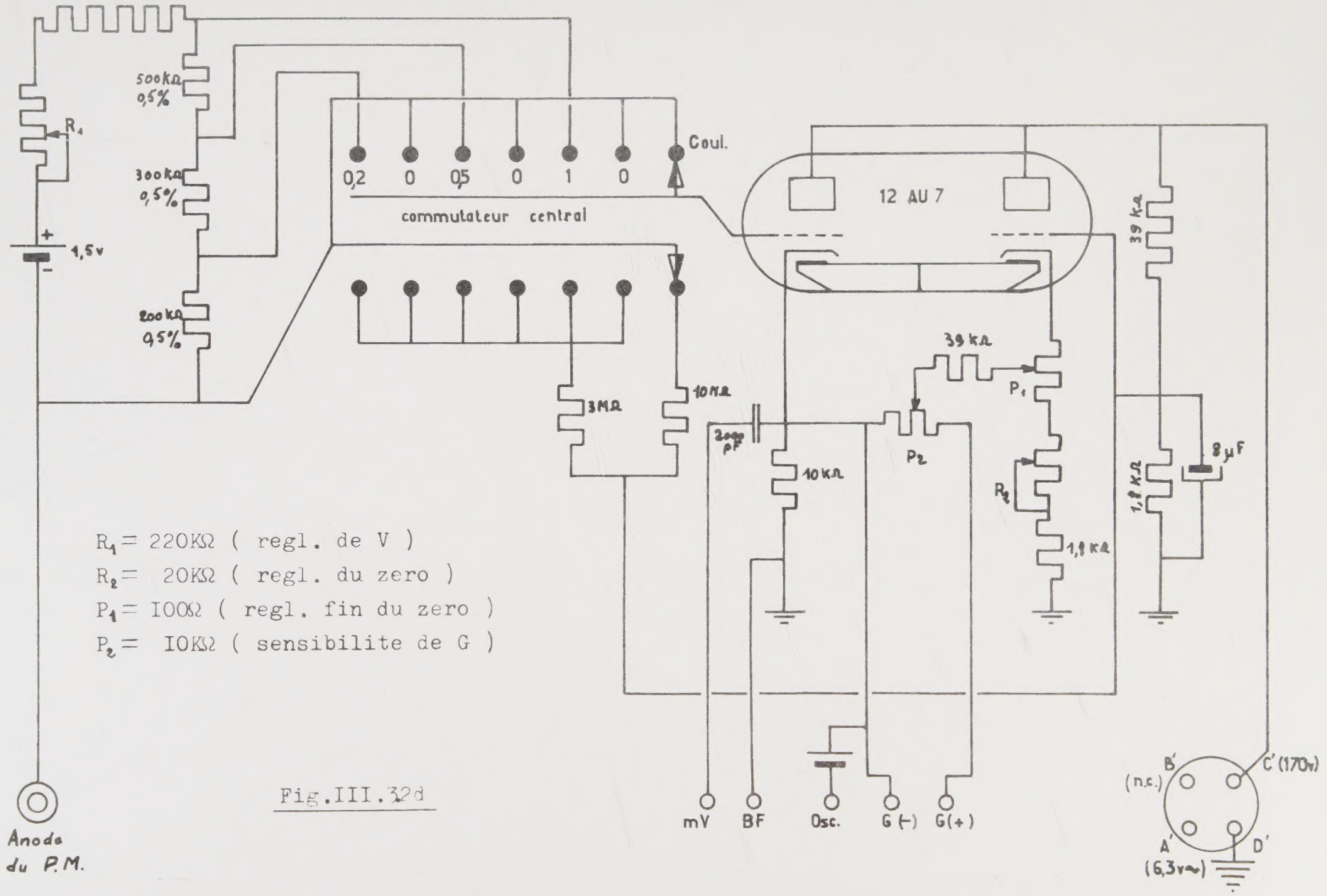


Fig.III.2c

Schéma permettant le tracé d'une courbe d'étalonnage de la méthode de couleur



R_1 = 220KΩ (regl. de V)
R_2 = 20KΩ (regl. du zero)
P_1 = 100Ω (regl. fin du zero)
P_2 = 10KΩ (sensibilite de G)

Fig.III.32d

Schéma de principe du boitier de commande (adaptation d'impédance)